



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 08 036 T2 2004.09.02**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 046 743 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 08 036.6**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 105 972.4**

(96) Europäischer Anmeldetag: **24.03.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **25.10.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **04.02.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **02.09.2004**

(51) Int Cl.7: **D21C 5/02**
D21C 9/08

(30) Unionspriorität:
294781 19.04.1999 US

(73) Patentinhaber:
Voith Paper Patent GmbH, 89522 Heidenheim, DE

(74) Vertreter:
HOFFMANN · EITLÉ, 81925 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, DE, FR, NL

(72) Erfinder:
**Heise, Oliver U., Menasha, US; Cao, Bangij,
Appleton, US**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Wachsentfernung aus cellulosischen Fasern, die in der Papierproduktion verwendet werden**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

immer der mittlere.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

(b) Sättigung oder Kaskadenbildung

1. Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren für eine Fasersuspension zur Verwendung in einer Papierherstellungsmaschine, und insbesondere ein Verfahren zur Entfernung von Wachs aus recycelter Cellulosefaser, die zur Herstellung einer solchen Fasersuspension verwendet wird.

[0006] Ein dicker "Wasserfall" von Wachs wird in oder über die abschliessend behandelte Pappe verströmt oder die Pappe wird in ein Bad aus geschmolzenem Wachs eingetaucht. Die Pappe wird 35 bis 50% ihres Gewichts an Wachs aufnehmen. Das Wachs ist in der Regel eine einfache Mischung aus vollständig veredeltem Paraffin und Additiven mittlerer Viskosität.

2. Beschreibung von verwandtem Stand der Technik

(c) Vorhangbeschichtung

[0002] Erdölwachse werden seit langem in der Papierumwandlungsindustrie zur Bereitstellung von Cellulosepapierprodukten mit Feuchtigkeitsbeständigkeit und Feuchtigkeitsfestigkeit verwendet. Diese Papierprodukte beinhalten Wellpappeboxen, Papierfalten, gewachste Papierverpackungen und gewachste Roll-Hüll-Lamine. Unter diesen Produkten machen die Wellpappeboxen den Hauptteil des verbrauchten Wachses aus. Wenn Wachs für Faltkisten aus Wellpappe verwendet wird, ist das Hauptziel die Bereitstellung einer Pappstrukturintegrität in feuchten und nassen Umgebungen.

[0007] Das Material wird horizontal durch einen dünnen Vorhang aus fallendem Wachs geführt. Die Pappe wird 2,3 bis 3,2 kg (5 bis 7 lb) Wachs pro 92,9 m² (1.000 ft²) der Pappe aufnehmen. Das Wachs ist in der Regel eine komplexe Mischung aus vollständig veredeltem Paraffin und verschiedenen Additiven, was zu einem sehr hochviskosen Produkt führt.

[0003] Der Hauptteil des verwendeten Wachses bei Wellpappe ist Erdölwachs, ein Nebenprodukt bei den Veredelungsverfahren für Autoschmieröl. Bei diesem Verfahren wird Rohöl destilliert (durch Kochen abgetrennt) und zwar zu verschiedenen Produkten, wie Gas, Benzin, Brenngas, Gasöl und Paraffindestillaten. Paraffinwachs ist der feste Bestandteil der paraffinischen Destillate. Paraffinwachs ist ein kristallin strukturiertes Polymer, bestehend im wesentlichen aus einer Mischung von Kohlenwasserstoffmolekülen. Feste Paraffinwachse sind in der Regel weiss, durchscheinend, geschmacklos und geruchlos. Sie sind hart, relativ brüchig und vermitteln ein leicht schmieriges Gefühl. Im geschmolzenen Zustand sind Paraffinwachse klare, farblose Flüssigkeiten mit niedriger Viskosität. Der Schmelzpunkt der Paraffinwachse liegt im Bereich von 43 bis 71°C. Mischwachs ist eine Kombination aus Paraffin mit oder ohne andere Wachse, in der Regel zusammen mit Nichtwachs-Additiven, wie z.B. Harzen, Kollophoniumstoffen, Polymeren und Copolymeren.

[0008] Gewachste alte Wellpappebehälter (OCC), die durch den Sammelprozess eingeführt werden, sind die grösste Quelle einer Wachscontamination in Papierrecyclingaufbereitungsanlagen. Diese Wachse stellen ein Haupthindernis für die Papierrecyclingindustrie dar. Die Probleme mit dem Wachs für die Papierherstellung sind die folgenden:

[0004] Zur Zeit gibt es drei Verfahren, Wachs auf Wellpappe aufzubringen.

(a) Imprägnieren

(a) Die Gegenwart von Wachs auf einem Papierblatt führt zu einer Reduktion des Reibungskoeffizienten, was wiederum Schwierigkeiten beim Wiederaufwinden, Umwandeln und Stapeln von Boxen macht.

(b) Wachse neigen dazu, sich auf der Oberfläche von Fasern abzulagern, wodurch die Bindungsfestigkeit zwischen den Fasern erniedrigt wird. Das Papier und die Pappe, die aus solchen Fasern hergestellt werden, besitzen eine niedrigere Festigkeit, wenn die Menge an Wachs in dem Papier und der Pappe 0,5% erreicht. Ausserdem geht etwas Steifigkeit verloren.

(c) Papier und Pappe, die Wachs enthalten, weisen in der Regel eine schlechte Bedruckbarkeit und Verklebbarkeit auf.

(d) Nicht-dispergierte Wachse führen während des Trocknens (wie z.B. beim Vorhangbeschichten) unangenehme Punkte auf den Papierblättern ein.

(e) Manchmal können Wachse ein Harzproblem (pitch) verschlechtern. Wachse neigen dazu, das Harz zu erweichen und es dadurch klebriger zu machen.

[0005] Das Material wird in ein Bad aus geschmolzenem Wachs eingetaucht oder untergetaucht. Die Wellpappe wird 10 bis 20% ihres Gewichts an Wachs aufnehmen. Das Wachs ist in der Regel ein nahrungsmittelleichtes Paraffin mit niedriger Viskosität. wenn nur ein Bestandteil behandelt wird, ist es fast

(f) Niedrigviskose Wachse (die für eine Kaskaden- oder Imprägnierungsbehandlung verwendet werden) werden während des Pulpvorgangs bei erhöhten Temperaturen einfach dispergiert. Die dispergierten Wachse sind so feine Teilchen, dass konventionelle mechanische Trennausrüstungen, wie z.B. Siebe und Reinigungsrichtung, nicht

wirksam zur Entfernung dieser Kontaminationen sind.

(g) Die Wachsentfernung durch Waschen benötigt eine Wasseraufklärung, da Wachs aus der flüssigen Phase nicht entfernt wird. Wachsaufbau in weissen Wasser ist bei Papiermühlen nicht akzeptabel. Zusätzlich ist das Waschen zur Entfernung grossteiligen Wachses nicht effektiv.

[0009] Aufgrund der obigen Schwierigkeiten mit Wachsen wurden gewachste OCC- und andere gewachste Papierprodukte als nicht recyclefähig klassifiziert. Als solche werden gewachste OCCs im allgemeinen in der Recyclingfabrik entfernt und verbrannt oder auf Landmüllhalden abgelagert.

[0010] WO 98/26874 offenbart ein Verfahren zur Reduktion des Wachsgelates von Recyclingpapier, umfassend die Schritte des Aufschliessens von gewachsenen Papierfaserprodukten mit zugefügtem Wasser bei erhöhter Temperatur, das Abtrennen einer Pulpefraktion aus der Emulsion, geformt durch Filtern in einem Umkehrdrucksiebapparat und Extraktion eines Hauptteils der Wachsemulsion aus der Suspension durch Perforationen in dem Sieb, führend von der Hochdruckseite zu einer Niedrigdruckseite, einschliesslich dem Schritt der Anbringung der Suspension unter Druck auf die Hochdruckseite.

[0011] EP-A-0 632 158 offenbart ein Verfahren für das Recyclen von wachsbeschichtetem Papier, wobei das Papier bei einer Temperatur von mindestens 60°C in Gegenwart eines geeigneten Abbaumittels abgebaut wird, wobei ein vorläufiger Säuberungsschritt durchgeführt, die Suspension optional verdünnt und das Wachs durch einen Flotationsschritt entfernt wird, der bei einer Temperatur von 60 bis 100°C durchgeführt wird.

[0012] US 2 959 513 betrifft ein Verfahren zur Entfärbung von gewachsenen Papiervorräten und dem Abtrennen von Wachs daraus, umfassend die Schritte des Aufschliessens der Vorräte in einer Pulpmaschine bei einer Temperatur von etwa dem Schmelzpunkt des Wachses, bis die Fasern vollständig getrennt sind, dem Erniedrigen der Temperatur der Pulpmasse auf einen Punkt unterhalb des Schmelzpunkts des Wachses, wobei Pigmentteilchen körnig werden und auf der Oberfläche der Charge agglomeriert sind, das Riffeln der Charge und das Abschöpfen des kornförmigen Wachses und der Pigmentteilchen für die Lagerung, Waschen des im wesentlichen von Wachs befreiten Vorrats, Bleichen des Vorrats in einem Bleichturm bei einem pH im Bereich von 10 bis 11,25, wobei der Vorrat einer Temperatur unterhalb des Schmelzpunkts des Wachses unterzogen wird, während er der Wirkung von Bleichverbindungen ausgesetzt wird, Erhöhen der Temperatur des Vorrats auf oberhalb des Schmelzpunkts des Restwachsgelates, während gleichzeitig der Vorrat einer Bewegung und der Wirkung von Ammoniumaluminiumsulfat bei einem pH im Bereich von 6,25 bis 6,75 ausgesetzt wird, bis das Restwachs nukleiert ist, darauffolgend

Erniedrigen der Temperatur auf einen Punkt unterhalb des Schmelzpunkts des Wachses, bis das Restwachs sich auf der Charge agglomeriert hat, und darauffolgendes Wiederfüllen der Charge und Entfernen des gebleichten Vorrats vor seinem Pressen zu Blättern in Heissdruckwalzen, wobei die resultierenden Blätter weniger als 1% Wachs und eine Helligkeit von nicht weniger als etwa 80 bis 82 aufweisen.

[0013] Was auf diesem Gebiet benötigt wird, ist ein Verfahren zur Entfernung von Wachs aus einer Fasersuspension, hergestellt aus gewachster Cellulosefaser, wie z.B. gewachsenen OCCs.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0014] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren für die effektive und ökonomische Entfernung von Wachs aus recycelter Cellulosefaser bereit, die in einer Fasersuspension für eine Papierherstellungsmaschine verwendet wird.

[0015] Die Erfindung umfasst in einer Form ein Verfahren zur Entfernung von Wachs aus recycelter Cellulosefaser. Die Cellulosefaser wird in einem Stofflöser zu einer Suspension mit einer Konsistenz von weniger als etwa 10 Gew.-% aufgeschlossen. Die Suspension wird dann zur Entfernung von groben und feinen Verunreinigungen gesiebt. Die gesiebte Suspension wird auf eine Konsistenz von weniger als etwa 3 Gew.-% verdünnt. Das Wachs wird aus der verdünnten Suspension unter Verwendung einer Schaumflotationsvorrichtung entfernt. Die Suspension wird dann gewaschen und/oder verdickt.

[0016] Ein Vorteil der vorliegenden Erfindung ist der, dass das Wachs effektiv aus der recycelten Cellulosefaser, die in der Fasersuspension verwendet wird, entfernt wird.

[0017] Ein anderer Vorteil ist der, dass die wachsbeschichtete recycelte Cellulosefaser, die bis jetzt nur unter grossen Schwierigkeiten oder gar nicht wiederverwendbar war, unter Verwendung des erfindungsgemässen Verfahrens recycelt und verwendet werden kann.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0018] Die oben erwähnten und andere Merkmale und Vorteile dieser Erfindung und die Weise, um sie zu erreichen, werden im Hinblick auf die folgende Beschreibung einer Ausführungsform der Erfindung zusammen mit der begleitenden Zeichnung, bei der es sich um ein Flussdiagramm handelt, das eine Ausführungsform des erfindungsgemässen Verfahrens darstellt, deutlicher und besser verstanden werden. Die hier bereitgestellte beispielhafte Darstellung illustriert eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung in einem Aspekt und sollte nicht als den Umfang der Erfindung in irgendeiner Weise begrenzend angesehen werden.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0019] Unter Bezugnahme auf die Zeichnung ist ein Flussdiagramm dargestellt, das eine Ausführungsform des erfindungsgemässen Verfahrens zur Entfernung von Wachs aus recycelter Cellulosefaser zur Verwendung in einer Papierherstellungsmaschine darstellt.

[0020] Die recycelte Cellulosefaser mit Wachs darauf, wie z.B. OCC, wird in einen hydraulischen Stofflöser (Block 10) eingeführt. Die gewachste beschichtete Cellulosefaser wird mit Wasser in dem hydraulischen Stofflöser kombiniert und im wesentlichen zu den individuellen Cellulosefasern wie auch einigen anderen unerwünschten Faserflocken, groben und feinen Verunreinigungen aufgeschlossen. Wasser und die Cellulosefaser werden mit dem hydraulischen Stofflöser kombiniert, so dass die Fasersuspension eine Konsistenz von weniger als 10 Gew.-% und noch bevorzugter 4 bis 8 Gew.-% aufweist.

[0021] Um das Aufschliessen der wachsbefleckten Cellulosefaser mit dem hydraulischen Stofflöser weiter zu verbessern, wird der pH der Suspension innerhalb des hydraulischen Stofflösers auf 9,5 bis 10,5 eingestellt. Der pH kann z.B. durch Zugabe von Natriumhydroxid zu dem hydraulischen Stofflöser eingestellt werden (Zeile 12).

[0022] Zusätzlich wird die Temperatur der Fasersuspension in dem hydraulischen Stofflöser und die Verarbeitungszeit in dem hydraulischen Stofflöser ebenfalls so eingestellt, dass das Aufschliessen der wachsbefleckten Cellulosefaser verbessert wird. In der dargestellten Ausführungsform ist die innere Temperatur des Stofflösers auf 50 bis 70°C eingestellt. Zusätzlich ist die Verarbeitungszeit für die Fasersuspension in dem hydraulischen Stofflöser auf 20 bis 50 Minuten eingestellt.

[0023] Um dabei zu helfen, das Wachs aus der wachsbefleckten Cellulosefaser zu entfernen, wird dem hydraulischen Stofflöser ein Tensid zugefügt (Zeile 12). Das Tensid kann mit einer Rate von 0,01 bis 0,5%, basierend auf einem Gewichtsprozentsatz der Cellulosefaser, zugefügt werden. Wenn die Cellulosefaser eine grosse Menge Wachs enthält, wie z.B. bei kaskadenbeschichtetem OCC mit soviel wie 30% Wachs, dann wird die höhere Menge an Tensid in dem hydraulischen Stofflöser verwendet.

[0024] Nachdem die Cellulosefaser mit dem hydraulischen Stofflöser aufgeschlossen wurde, wird die aufgeschlossene Fasersuspension mit einer Siebvorrichtung, die sowohl Siebe für grobes Sieben als auch feines Sieben bereitstellt, gesiebt (Block 14). Die groben und feinen Siebarbeitsvorgänge in der Siebvorrichtung entfernen die nicht-aufgefaserten Faserflocken und andere Verunreinigungen (wie z.B. Heisschmelze, Kunststoffe, Klebstoffe und Styropor) innerhalb der Fasersuspension, die aus dem hydraulischen Stofflöser ausgegeben wird. Der Grobsiebschritt entfernt grössere Verunreinigungen und

der Feinsiebschritt entfernt kleinere Verunreinigungen aus der Fasersuspension. Die Ausgaben aus der Siebmaschine können Wachs enthalten. Dementsprechend werden die Ausgaben, wie in Zeile 16 angegeben, zu dem hydraulischen Stofflöser zurückgeführt. Etwa 1% des Wachses innerhalb der Fasersuspension wird unter Verwendung der Siebvorrichtung entfernt.

[0025] Nach dem Siebarbeitschritt wird die gesiebte Fasersuspension in eine Schaumflotationseinrichtung, wie z.B. eine Schaumflotationszelle (Block 18), eingeführt. Ein Tensid kann der gesiebten Fasersuspension vor Einführen in die Schaumflotationszelle ebenfalls zugefügt werden. Die Fasersuspension wird entweder vor oder innerhalb der Schaumflotationszelle auf eine Konsistenz von weniger als 3 Gew.-%, und noch bevorzugter eine Konsistenz von 0,2 bis 2 Gew.-%, eingestellt. Der pH und die Temperatur der verdünnten Fasersuspension werden in der Schaumflotationseinrichtung zur Bereitstellung einer optimalen Flotation und Wachsentsfernung eingestellt. In der dargestellten Ausführungsform wird der pH der verdünnten Fasersuspension auf 8,5 bis 9,5 eingestellt. Zum Beispiel kann der verdünnten Fasersuspension zur Einstellung des pHs Natriumhydroxid zugefügt werden. Weiterhin wird in der dargestellten Ausführungsform die Innentemperatur der Schaumflotationseinrichtung auf 27 bis 71°C (80 bis 160°F) eingestellt. Luft wird in die verdünnte Fasersuspension in der Schaumflotationseinrichtung in einem Bereich von 40 bis 200% des Luft-Papierstoff-Verhältnisses, noch bevorzugter 40 bis 60% des Luft-Papierstoff-Verhältnisses, eingeführt, um einen Schaum zu erzeugen, der Wachs auf die Oberfläche der verdünnten Fasersuspension trägt. Der Schaum mit dem darin mitgeführten Wachs wird aus der Schaumflotationseinrichtung entfernt (Zeile 20). Der Wachschaum kann entweder weiterverarbeitet werden, um Wachs wiederzugewinnen, oder zum Abwasser geführt werden.

[0026] Nach dem Schaumflotationsvorgang mit der Schaumflotationseinrichtung wird die Fasersuspension verdickt und/oder gewaschen und zu andern Arbeitseinheiten geschickt, um Nichtwachsverunreinigungen zu entfernen (Block 22). Die verdickte und/oder gewaschene Fasersuspension enthält weniger als 1% Wachs, basierend auf dem Gewicht der ofengetrockneten Feststoffe. Das Verdickungsmittel kann z.B. ein konventionelles Schwerkraftverdickungsmittel sein. Das Waschmittel kann z.B. ein Scheibenfilterwäscher sein. Das Filtrat aus dem Verdicker und/oder Wäscher enthält nur eine sehr geringe Menge Wachs (unterhalb von 0,01%) und kann direkt als Verdünnungswasser für das Aufschliessen, Sieben und die Flotation verwendet werden (Zeile 24). Die Annahme aus dem Verdicker und/oder Wäscher (Zeile 26) kann als Fasersuspension bei einer Papierherstellungsmaschine verwendet werden.

[0027] Während diese Erfindung im Hinblick auf eine bevorzugte Ausführungsform beschrieben wur-

de, kann die vorliegende Erfindung innerhalb des Umfangs der Ansprüche weiter modifiziert werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Wachs aus recycelter Cellulosefaser, umfassend die folgenden Schritte:

Aufschliessen der Cellulosefaser in einem Stofflöser zu einer Suspension mit einer Konsistenz von weniger als 10 Gew.-%;
Sieben der Suspension zur Entfernung von Verunreinigungen;
Verdünnen der gesiebten Suspension auf eine Konsistenz von weniger als 3 Gew.-%;
Entfernen von Wachs aus der verdünnten Suspension unter Verwendung einer Schaumflotationseinrichtung; und
Einstellen der Konsistenz der Suspension nach dem Wachsentsfernungsschritt, worin ein Tensid zum Stofflöser und/oder zur gesiebten Fasersuspension vor der Einführung in die Schaumflotationseinrichtung gegeben wird.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Aufschliessungsschritt einen hydraulischen Stofflöser umfasst.

3. Verfahren gemäss Anspruch 2, worin der Aufschliessungsschritt die folgenden Unterschritte umfasst:

Verdünnen der Cellulosefaser auf eine Konsistenz zwischen 4 und 8 Gew.-%;
Regeln des pH-Werts der Suspension auf 9,5 bis 10,5;
Regeln der internen Temperatur des Stofflösers auf 50 bis 70°C; und
Bearbeiten der Suspension für einen Zeitraum von 20 bis 50 Minuten im Stofflöser.

4. Verfahren gemäss Anspruch 3, worin das Tensid zum Stofflöser gegeben wird.

5. Verfahren gemäss Anspruch 4, worin das Tensid in einer Menge von 0,01 bis 0,5% auf Basis des Massenprozentanteils der Cellulosefaser hinzugegeben wird.

6. Verfahren gemäss Anspruch 5, worin der Unterschritt der pH-Einstellung das Zugeben von Natriumhydroxid zum Stofflöser umfasst.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Siebschritt 1 Gew.-% Wachs aus der Suspension entfernt.

8. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Siebschritt die Unterschritte des Grobsiebens zur Entfernung grösserer Verunreinigungen und des Feinsiebens zur Entfernung kleinerer Verunreinigungen umfasst.

9. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin die durch den Siebschritt entfernten Verunreinigungen wenigstens einen Vertreter aus nicht-entfaserten Faserflocken und Kunststoffen einschliesst.

10. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Verdünnungsschritt das Verdünnen der Suspension auf eine Konsistenz zwischen 0,2 und 2,0 Gew.-% umfasst und worin der Wachsentsfernungsschritt die folgenden Unterschritte umfasst:

Regeln des pH-Werts der Suspension auf 8,5 bis 9,5;
Regeln der internen Temperatur der Schaumflotationseinrichtung auf 27 bis 71°C (80 bis 160°F);
Einleiten von Luft in die Suspension in einem Bereich von 40 bis 200% des Luft-Papierstoff-Verhältnisses zur Erzeugung von Schaum, der Wachs zur Oberfläche der Suspension leitet; und
Entfernen des Schaums mit mitgerissenem Wachs darin aus der Schaumflotationseinrichtung.

11. Verfahren gemäss Anspruch 10, worin die Luft in die Suspension in einem Bereich von 40 bis 60% des Luft-Papierstoff-Verhältnisses eingeleitet wird.

12. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Konsistenzstellungsschritt das Verdicken der Suspension unter Verwendung eines Verdickers umfasst.

13. Verfahren gemäss Anspruch 12, worin der Verdicker einen Schwerkraftverdicker umfasst.

14. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin der Konsistenzstellungsschritt das Waschen der Suspension unter Verwendung eines Wäschers umfasst.

15. Verfahren gemäss Anspruch 14, worin der Wäscher einen Scheibenfilterwäscher umfasst.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

