



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 132284

(51) Int. Cl.² D 21 H 3/78

(21) Patentsøknad nr. 3780/71

(22) Inngitt 13.10.71

(23) Løpedag 13.10.71

(41) Alment tilgjengelig fra 17.04.72

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 07.07.75

(30) Prioritet begjært 14.10.70, Storbritannia, nr. 48909/70

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte ved fremstilling av papir.

(71)(73) Søker/Patenthaver ENGLISH CLAYS LOVERING POCHIN & COMPANY LIMITED,
John Keay House, St. Austell, Cornwall, England.

(72) Oppfinner WINDLE, William, St. Austell, Cornwall,
England.

(74) Fullmektig A/S Oslo Patentkontor Dr.ing. K.O. Berg, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner
Norsk patent nr. 112638
Alment tilgjengelig norsk søknad nr. 1171/71
Britisk patent nr. 581151, 682664, 805494
Svensk patent nr. 175239, 178212, 210431
Svensk utl. skrift nr. 301414
US patent nr. 2140394, 2674587
Østerriksk patent nr. 251399
Casey: Pulp and Paper, bd. II, 1960, s. 1096

Nårværende oppfinnelse vedrører fremstillling av papir, og da spesielt en metode for regulering av utfelling av bek under fremstillingen av papir.

Bek er et materiale som kan ekstraheres fra ved og mekaniske eller kjemiske masser ved hjelp av organiske løsningsmidler. Dette materiale består hovedsakelig av fettsyrer, fett-estere, harpiks-syrer og uforsåpet materiale, såsom steroler, voks og høyere alkoholer. Både hårdtre og myktre inneholder fettsyrer, fettsyrestere og uforsåpede materialer, men bare myktre inneholder betydelige mengder harpiks-syrer. Det sistnevnte materiale forekommer i tre hovedsakelig i rand-cellene og harpiks-

kanalene eller harpiks-gangene. Myktrær eller de nakenfrøede, såsom furu eller gran, forårsaker derfor større bek-problem enn hårdtrær, såsom bjørk, lønn, ek og poppel. Bek kan koagulere på en hvilken som helst del av masse- og papir-utrustningen, f.eks. wire, filt, trykkvalser og tørkevalser, og de på denne måten dannede avsetningene resulterer i papir med mørke flekker, hull eller ujevn tykkelse, og dette kan forsinke produksjonshastigheten og til og med forårsake rift i papiret. De to viktigste prosessene for fremstilling av kjemisk masse er sulfittprosessen, hvorved slipemassen kokes i en syreløsning bestående av kalsiumbisulfitt som er mettet med svoveldioksyd; og sulfat- eller kraft-prosessen, hvorved kokingen utføres i en alkalisk løsning bestående av kaustisk soda, natriumsulfid og natriumhydrosulfid. Når masse fremstilles ifølge sulfat-prosessen er problemet mindre alvorlig da kokeløsningen er alkalisk, og da det bekdannende materiale er fjernet ved for-såpning.

Hittil har forsøkene med å redusere avsetningen av bek under fremstilling av papir innebåret tilsetning av visse bek-regulerende midler, såsom spesielle kvaliteter av talkum, asbest og diatomé-jord til massen. Dette har nødvendiggjort tilsetning av en tilleggskomponent til massen.

Det er et formål med nærværende oppfinnelse å fremskaffe en fremgangsmåte for fremstilling av papir, hvorved man anvender et kombinert fyllstoff-bek-regulerende middel, som er både billig og effektivt, og som overflødiggjør inkorporeringen av et ytterligere bekgulerende middel.

Ifølge nærværende oppfinnelse er det fremskaffet en fremgangsmåte ved fremstilling av papir, hvor en viss mengde av et leirepigment, som først overtrekkes med et organisk materiale som adherer til leirepigmentet, og som gjør overflaten til partiklene av nevnte leirepigment oleofile, blir innarbeidet i den massen som papiret fremstilles av, og karakteristisk ved fremgangsmåten er at det som nevnte organiske materialer anvendes.

des et alifatisk amin som inneholder fra 6 til 25 karbon-atomer, eller et vannløslig salt av nevnte alifatiske amin, eller et reaksjonsprodukt av et alifatisk amin som inneholder fra 6 - 25 karbonatomer med et alkylenoksyd; eller et alkylpyridin-salt av et kvaternært ammoniumsalt, idet den nevnte organiske forbindelse adherer sterkt til leirepartiklene og vesentlig reduserer avsetningen av bek under papirfremstillingen.

Vanligvis kan det organiske materiale, og som kan være en enkelt forbindelse eller en blanding av slike forbindelser, anvendes på leirepigmentet i et doseringsforhold som tilsvarende fra 0,5 til 5 vekts-% av tørt leirepigment.

En fremgangsmåte for fremstilling av et overtrukket leirefor bruk ved nærværende oppfinnelse består i å spraye en stråle av overtrekksforbindelsen eller -forbindelsene, hvilke er eller er blitt gjort flytende, inn i en oppvarmet slagmølle i hvilken leirepigmentet, som skal overtrekkes, males.

Ifølge en foretrukket metode for fremstilling av overtrukket pigment ifølge nærværende oppfinnelse, så inneholder det malte pigmentet ikke mer enn 10 vekts-% vann. Det overtrukne leirepigmentet, som er malt, vil når det forlater slagmøllen vanligvis inneholde ikke mer enn 1 vekts-% vann.

Det overtrukne leirepigmentet blir fortrinnsvis tilsatt massen i hovedsakelig tørr tilstand, dvs. at det inneholder ikke mer enn ca. 1 vekts-% vann. Det er også fordelaktig å tilsette det

overtrukkede leirepigmentet til massen på et tidligst mulig stadium ved tilberedning av råstoffet, dvs. i det første maletrinnet. Den mekaniske virkningen til hollenderen eller raffinøren bevirker en understøttelse av en i massefibrene jevn dispergering av pigmentet, mens samtidig en fibrillering av fibrene fås.

Det overtrukkede leirepigmentet tilsettes vanligvis massen i et doseringsforhold som tilsvarer ikke mer enn 7,5 vekts-% basert på vekten til tørretenkt masse. Det foretrukkede doseringsforhold er fra 0.8 til 2.5 vekts-% beregnet på tørretenkt masse. Overskudd av overtrukket leire har en tendens til å gjøre massen hydrofob.

Det er funnet fordelaktig for utmålingsformål å anvende en overtrukket forbindelse eller overtrukkede forbindelser, som, når de er flytende, er elektrisk ledende eller noe elektrisk ledende. Dette kan oppnås f.eks. ved å anvende en blanding av et amin og dets acetat i et vektsforhold på 2 - 1.

Oppfinnelsen skal i det følgende illustreres ved hjelp av et eksempel.

EKSEMPEL

En preliminær test ble utført på et antall masser med den hensikt å finne to som gir en kraftig bekavsetning når massen anvendes under standard-betingelser i en PFI-mølle, dvs. en hurtig-gående laboratorie-finmalingsmølle, med en slisset skiveformet rotor omgitt av en sirkelformet slisset stator, og som er fremstilt av Papirindustriens Forskningsinstitutt i Norge. De to som ga den største bek-avsetningen var en bleket og en ubleket gransulfitt-masse.

Ved å anvende disse to massene ble et forsøk utført for å sammenligne effekten av å tilsette tremassen 2 og 5 vekts-% av et ubehandlet leirepigment og av et overtrukket leirepigment som var behandlet med oktadecylamin i overensstemmelse med oppfinnelsen. Den ubehandlede leiren inneholder 84 vekts-% av

partikler mindre enn 2 mikron og 0.06 veks-%, av partikler større enn 10 mikron, mens den behandlede leiren inneholder 47,5 veks-% av partikler mindre enn 2 mikron og 29,4 veks-% av partikler lik eller større enn 4 mikron. Massen fikk passere gjennom en standard PFI-mølle av bronse under følgende driftsbetingelser:

Massekvantitet (beregnet som knusktörr):	25 g
Masse-konsistensen:	10 %
Belastning:	1.8 kp/cm
Relativ hastighet mellom valsen og huset:	6 m/s
Avstand mellom valsen og huset:	0.2 mm
Antall omdreininger:	12.000

Efter behandling i PFI-møllen ble massen vasket med destillert vann, og bekavsetningen, som forble i møllen, ble fjernet ved å tørke overflaten med bomull fuktet med aceton. Beket som ble opptatt av bomullen ble derefter ekstrahert i et Soxhlet-apparat med aceton, hvorved man anvendte minst 15 cykler. Ekstraktet ble derefter tørket ved 105°C i 120 minutter, og bekmengden ble veiet.

De erholdte resultatene vises i nedenstående tabeller I og II:

Tabell I

Forsök med bleket gransulfitt-masse

Prövet materiale	Mengde bek (gjennomsnittsverdi for 2 kjöringer)
Masse alene	35 mg
Masse + 2% ubehandlet leire	15 mg
Masse + 5% ubehandlet leire	13 mg
Masse + 2% behandlet leire	8 mg
Masse + 5% behandlet leire	3 mg

132284

6

Tabell II

Forsök med ubleket gransulfitt-masse

Prövet materiale	Mengde bek (gjennomsnittsverdi for 2 kjöringer)
Masse alene	30 mg
Masse & 2% ubehandlet leire	18 mg
Masse & 5% ubehandlet leire	15 mg
Masse & 2% behandlet leire	9 mg
Masse & 5% behandlet leire	6 mg

Den i foregående eksempel anvendte leiren var kaolin-leire.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av papir, hvor en viss mengde av et leire-pigment, som først overtrekkes med et organisk materiale som adherer til leirepigmentet, og som gjør overflaten til partiklene av nevnte leirepigment oleofile, blir inkorporert i den massen som papiret fremstilles av, k a r a k t e r i s e r t v e d at det som nevnte organiske materialer anvendes et alifatisk amin som inneholder fra 6 til 25 karbonatomer, eller et vannløslig salt av nevnte alifatiske amin, eller et reaksjonsprodukt av et alifatisk amin som inneholder fra 6 til 25 karbonatomer med et alkylenoksyd; eller et alkylpyridin-salt av et kvaternært ammoniumsalt, idet den nevnte organiske forbindelse adherer sterkt til leirepartiklene og vesentlig reduserer avsetningen av bek under pa-

pirfremstilling.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at nevnte organiske materiale påføres leirepigmentet i et mengdeforhold fra 0,5 til 5,0 vekts-%, beregnet på tørt leirepigment.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 og 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at det belagte leirepigmentet tilsettes massen i hovedsakelig tørr tilstand.

4. Fremgangsmåte ifølge ett av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at det belagte leirepigment tilsettes massen i et mengdeforhold som ikke er større enn 7,5 vekts-% beregnet på den tørrtenkte masse, og fortrinnsvis i et mengdeforhold fra 0,8 til 2,5 vekts-% av den tørrtenkte masse.