

NORGE

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 130631



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

(51) Int. Cl. B 29 j 5/00

(52) Kl. 39a⁷ _5/00

(21) Patentsøknad nr. 3080/71

(22) Inngitt 18.8.1971

(23) Løpedag 18.8.1971

(41) Søknaden alment tilgjengelig fra 22.2.1972

(44) Søknaden utlagt og
utlegningsskrift utgitt 7.10.1974

(30) Prioritet begjært fra: 21.8.1970 Finland,
nr. 2305/70

-
- (71)(73) Neste Oy,
Kaivokatu 10,
Helsinki 10, Finland.
- (72) Kurt Ekman, Aleksanterinkatu 10, Porvoo og
Jouko Huttunen, Pihlajatie 26, Porvoo,
begge: Finland.
- (74) Bryns Patentkontor A/S
- (54) Fremgangsmåte til fremstilling av pressede produkter av finfordelt
ligninholdig materiale.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte til fremstilling av pressede produkter av finfordelt ligninholdig materiale uten lim, ved å aktivere ligninet med kjemikalier og presse materialet i oppvarmet tilstand.

Fremstillingen av pressede produkter av finfordelte råstoffer eller biprodukter fra treforedlingsindustrien har allerede vært kjent i lang tid. Med anvendelse av bindemiddel er plater og andre produkter blitt presset blant annet av spon, sagmugg, slipemasse, kvistmasse og cellulose. Bare spondeler og fiberplater har likevel inntil nå fått en mer utstrakt anvendelse. Bruken av slike materialer som sagmugg og spon til ovennevnte formål har inntil nå ikke vært

130631

vanlig, blant annet som følge av de meget korte fibre eller mangelen av et egnet bindemiddel.

Hensikten med foreliggende oppfinnelse er å tilveiebringe en ny fremgangsmåte, enklere enn det tidligere kjente, hvorved man delvis utnytter det i det ovennevnte materiale inneværende lignin. Ved hjelp av fremgangsmåten kan man på enkel måte av finfordelte ligninholdige materialer fremstille pressede produkter, særlig plater, som har enten større overflatehårdhet eller større holdbarhet enn de tidligere kjente.

Det er allerede kjent en fremgangsmåte, ved hjelp av hvilken trematerialer kan bøyes eller sammenpresses. Trematerialet impregneres med en hydrazinoppløsning, hvorefter trematerialet formes på ønsket måte. Deretter fjernes overskuddet av hydrazinoppløsning.

Ifølge oppfinnelsen anvendes virkningen av hydrazin ved fremstilling av pressede produkter av finfordelt ligninholdig materiale uten lim, ved å aktivere ligninet med kjemikalier og pressing av materialet i oppvarmet tilstand ved at det som aktiverende middel benyttes hydrazin.

Anvendelsen av hydrazin som limstoff baserer seg på dets ligninoppmykende og ligninoppløsende effekt. Når ligninholdige cellulosefibre eller andre ligninholdige finfordelte materialer varmpresses etter impregnering med hydrazinoppløsning, oppnår man produkter som har et tynt, men ytterst hardt overflatesjikt. Overflatehårdheten beror åpenbart på at av hydrazinet oppløst og mykgjort lignin konsentreres i platens overflatedeler som følge av det på grunn av oppvarmingen fremkomne avdunstningsfenomen.

Hvis man foruten en hard overflate for produktet ønsker en høyere holdbarhet, kan man tørke det med hydrazin impregnerte finfordelte ligninholdige materiale før pressingen. Tørking som utføres ved pressingen medfører muligens at ligninet konsentreres i fibrenes overflatedeler og at det ved varmpressingen utbrer seg som et amorft stoff i overflaterommet mellom fibre og binder fibre fast sammen. Det er også mulig at hydrazinet som har reagert med lignin formår å omvandle ligninmolekylenes struktur til et termoplastlignende stoff. Sannsynligvis innvirker hydrazinet også på en eller annen måte på cellulose.

Oppfinnelsen egner seg til fremstilling av pressede produkter fra alle finfordelte celluloseprodukter og andre stoffer som inne-

holder eller til hvilke det er tilsatt lignin. Disse stoffer må ikke nødvendigvis være celluloseholdige. Med finfordelt materiale forstås her enten fibrøse stoffer eller slike stoffer hvis kornstørrelse ikke overskrider kornstørrelsen for trefliser som benyttes f. eks. for cellulosekoking eller fremstilling av sponplater. Som stoffer egnet til en fremgangsmåte ifølge oppfinnelsen kan således nevnes av treslipemasse-avisapir, kjemimekanisk cellulose, halvkjemisk sulfit- og sulfatcellulose, sagmugg, trefliser, kvistmasse, torv, gress, lær-fibre og lignende stoffer. Til formålet egner seg også slike cellulosemasser som vanligvis bare inneholder lignin i liten mengde, men til hvilke det etterpå er tilsatt lignin eller ligninholdige fibre.

Oppfinnelsen egner seg til fremstilling av pressede produkter med vilkårlig form av finfordelte ligninholdige materialer. Mest velegnet er oppfinnelsen til fremstilling av platelignende produkter i en hydraulisk presse, som også etter utskifting av pressformene kan benyttes til fremstilling av legemer med annen form.

Hydrazinet som benyttes kan være enten bare hydrazin som væske eller damp, men mer fordelaktig benytter man en vannoppløsning av hydrazin. Hydrazinets innhold i vannoppløsning kan variere innenfor området 1 - 90 vektprosent, fortrinnsvis innenfor området 2 - 20 vektprosent. Impregneringsforholdene kan varieres slik at hydrazininnholdet ved pressingen i materialet som skal behandles er mellom 1 og 100 % av tørrvekten av materialet som skal behandles.

Impregneringen utføres ved dypping, nedsenking, besprøytning eller dampbehandling. Materialet som skal impregneres foreligger enten i finfordelt form eller i form av et forprodukt som er fremstilt av finfordelt materiale. F. eks. ved fremstilling av plater er det fordelaktig at de av en vannsuspensjon fremstilte plater eller ark av egnet tykkelse, som etter eventuell delvis eller fullstendig tørking impregneres med hydrazin.

Etter impregnering plasseres materialet mellom oppvarmbare presselementer. Pressing foretas fortrinnsvis i en hydraulisk presse, som kan arbeide f. eks. med 2 - 200 kp/cm² trykk. Presstemperaturen er egnet mellom 130 og 200°C, fortrinnsvis ca. 170°C. Press-tiden likesom presstrykket varierer alt etter materialet og de ønskede hårdhetsbetingelser og holdbarhetsegenskaper.

Karakteristisk for pressede produkter fremstilt på den ovenfor beskrevne måte er en ytterst hard flate. Slike plater egner

130631

seg derfor også til fremstilling av laminat i hvilke et ytterst hardt overflatesjikt er nødvendig. Laminering av mykere materialer og pressprodukter ifølge oppfinnelsen kan skje samtidig med varmpressingen ifølge oppfinnelsen.

Ifølge en fordelaktig utførelsesform for oppfinnelsen kan platenes holdbarhet, særlig deres bruddstyrke ved bøyning, økes betydelig ved at det hydrazinholdige finfordelte materiale tørkes før pressingen. Tørketemperaturen ligger fordelaktig i området $80 - 100^{\circ}\text{C}$, og tørketiden reguleres egnet slik at det impregnerte materiales tørrsubstansinnhold forblir $50 - 100$ vektprosent, fortrinnsvis $90 - 95$ vektprosent, beregnet på tørrvekten av materialet som skal behandles. Herved har det ligninholdige utgangsmateriales fuktighetsinnhold liten betydning.

Oppfinnelsen er i det følgende nærmere beskrevet ved hjelp av eksempler. Brinell-hårdhetene for produktene som er fremstilt i eksemplene er målt ifølge DIN 50531-metoden, og bøyebrikkstyrken er målt i samsvar med DIN 52186. De angitte prosenttall vedrører vektprosent beregnet på tørrvekten av materialet som behandles.

Eksempel 1

Tørre kuttete spon fremstilt av bjerketre ble impregnert med 10 prosentig vannopløsning av hydrazin, hvorved den av sponene absorberte hydrazinmengde beløp seg til $19,5\%$ av sponenes tørrvekt. Etter grundig impregnering ble sponene tørket til ca. 95% tørrsubstansinnhold ved 80°C . De impregnerte og tørkede spon ble presset mellom stålplater i en hydraulisk presse til plateproduktet. Press-temperaturen var 170°C , presstrykket var 165 kp/cm^2 og presstiden 20 minutter. Den oppnådde plates tetthet var $1,17\text{ g/cm}^3$. Platen hadde en hardhet på 1030 kp/cm^2 og en bøyebrikkstyrke på $137,8\text{ kp/cm}^2$.

Et annet parti på samme måte impregnerte og tørkede spon ble presset til en plate med $82,5\text{ kp/cm}^2$ trykk og med 30 minutters presstid. Platens tetthet var $1,13\text{ g/cm}^3$, dens hardhet 1355 kp/cm^2 og dens bøyebrikkstyrke 222 kp/cm^2 .

Eksempel 2

Sagmugg fremstilt av bjerketre ble impregnert og behandlet på samme måte som i eksempel 1 og ble presset til en plate. Press-temperaturen var 170°C , presstiden 30 minutter og presstrykket $82,5\text{ kp/cm}^2$.

Det oppnådde plateprodukt hadde følgende egenskaper:

130631

Tetthet	1,19 g/cm ³
Hårdhet	1530 kp/cm ²
Bøyebruddstyrke	350 kp/cm ²

Eksempel 3

Halvkjemisk bjersulfitmasse ble dispergert til en vannsuspensjon, av hvilken det i en arkform ble fremstilt ark med en tykkelse på 1 - 2 cm. Arkene ble tørket og impregnert med 10 prosentig hydrazin.

Etter grundig impregnering ble arkene tørket ved 80°C. De tørkede ark ble presset i en hydraulisk presse til plater. I nedestående tabell 1 er det angitt pressforholdene og de oppnådde produkters egenskaper ved 170°C presstemperatur.

Tabell 1

Masse- mengde g	N ₂ H ₄ innført %	Presstrykk tid kp/cm ² min.	Platenes tykkelse mm	Platenes tetthet g/cm ³	Hårdhet kp/cm ²	Bøyebrudd- styrke kp/cm ²
27,2	61,8	168 25	1,1	1,30	1950	928
34,5	64,9	41 20	1,6	1,12	1710	853
35,6	65,1	168 15	1,5	1,23	1320	727
44,7	63,8	41 15	2,0	1,14	1260	599
39,3	24,4	41 30	1,60	1,27	1630	395
29,9	22,1	168 25	1,35	1,17	1253	563
29,7	22,2	41 25	1,35	1,12	1165	747
40,0	4,5	41 30	1,70	1,19	1020	785
27,8	5,4	41 25	1,20	1,19	1090	908
28,0	5,4	41 20	1,40	1,05	900	471
28,0	5,0	168 20	1,20	1,20	1580	1025

Eksempel 4

Sulfatcellulose kokt av sagmugg ble dispergert til en vannsuspensjon, av hvilken det ble utfelt 1 - 2 cm tykke ark. Arkene ble tørket og impregnert med 10 prosentig hydrazinopløsning. Etter impregneringen ble arkene tørket ved 80°C til lufttørrhet. De tørkede ark ble presset ved 170°C og under et trykk på 41 kp/cm² i 25 minutter. De oppnådde platers tykkelse var 1,5 mm, tetthet 0,88 g/cm³, hårdhet 540 kp/cm² og bøyebruddstyrken 141 kp/cm².

Eksempel 5

Avispapir ble dispergert til en vannsuspensjon, av hvilken det i en arkform ble fremstilt 1 - 2 cm tykke ark. Arkene ble tørket

130631

før hydrazinimpregneringen. En del av arkene ble impregnert med 25 prosentig hydrazinoppløsning og en del med 10 prosentig hydrazinoppløsning. Etter impregnering ble arkene tørket ved 80°C til ca. 90 % tørrsubstansinnhold.

De benyttede pressforhold og produktenes egenskaper er angitt i tabell 2 for temperaturen 170°C.

På ovenstående måte ble det også behandlet vanlig granslipemasse. Resultatene av disse eksperimenter er også angitt i tabell 2.

Tabell 2

Masse- mengde g	N ₂ H ₄ innført %	Presstrykk kp/cm ²	tid min.	Platenes tykkelse mm	Platenes tetthet g/cm ³	Hårdhet kp/cm ²	Bøyebrudd- styrke kp/cm ²
<u>Avispapir</u>							
21,4	4,2	41	25	1,05	1,03	620	253
35,1	4,7	41	30	1,90	0,97	435	168
25,9	22,7	168	30	1,10	1,18	1585	491
<u>Granslipemasse</u>							
26,5	4,3	41	30	1,40	1,01	700	354
30,2	4,5	41	30	1,65	0,96	717	302
29,2	4,0	41	30	1,70	0,87	450	158
22,6	22,9	168	20	1,10	1,07	820	484
29,1	22,3	168	30	1,15	1,30	2000	610

Med fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen gis således på en ytterst enkel måte, som krever små anleggsinvesteringer, en mulighet til å foredle finfordelte ligninholdige materialer, hvilke vanligvis bare har avfallsverdi, til pressprodukter som kjennetegnes med en ytterst høy overflatehårdhet og/eller stor styrke.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte til fremstilling av pressede produkter av finfordelt ligninholdig materiale uten lim, ved å aktivere ligninet med kjemikalier og presse materialet i oppvarmet tilstand, k a r a k t e r i s e r t v e d at det som aktiverende middel benyttes hydrazin.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at det ligninholdige materiale inneholdende hydrazin tørkes til 50 - 100 % tørrsubstansinnhold før pressingen.

130631

3. Fremgangsmåte ifølge kravene 1 - 2, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at det benyttes et hydrazininnhold på 1 - 100 vekt-
prosent av det ligninholdige materials tørrvekt.

(56) Anførte publikasjoner:

Svensk patent nr. 99421 (54e-1)
BRD patent nr. 710552 (38c-1/01)