

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 772485 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 772485

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
D21B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 19.08.1977

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 19.08.1977

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 28.02.1978

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

27.08.1976 SE 7609550

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Defibrator Aktiebolag, Sandhamngatan 81 Stockholm, Sweden, SVERIGE, (SE)

2 •Hartler, Nils, Blåbärsvägen 16 Lidingö, Sweden, SVERIGE, (SE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Hartler, Nils, SVERIGE, (SE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä kuitumassan valmistamiseksi lignoselluloosapitoisesta aineesta

Sätt att framställa fibermassa av lignocellulosahaltigt material

77 2485

Defibrator Aktiebolag, Sandhammsgatan 81, S-115 28 Tukholma,
Ruotsi

Menetelmä kuitumassan valmistamiseksi lignoselluloosapitoisesta aineesta - Sätt att framställa fibermassa av lignocellulosahaltigt material

Esillä oleva keksinnön kohteena on menetelmä kuitumassan valmistamiseksi lignoselluloosapitoisesta aineesta, jolloin menetelmä käsittää höyryesikuumennusvaiheen yli 140°C :n lämpötilassa ja tätä vastaavassa vesihöyrypaineessa, ensimmäisessä jauhimessa tapahtuvan kuidutusvaiheen pääasiassa samassa lämpötilassa ja paineessa kuin esikuumennuksessa sekä lisäjauhatusvaiheen alhaisemmassa lämpötilassa ja paineessa.

Esikuumennuksen ja myös ensimmäisen jauhatusvaiheen korkeassa lämpötilassa pehmitetään lignoselluloosapitoisen aineen komponentteja, joilla on suhteellisen amorfinen rakenne, erityisesti hemiselluloosaa ja ligniiniä. Koska kuitujen välinen lamelli muodostuu tällaisesta aineesta, voidaan kuidut näissä olosuhteissa erottaa toisistaan pääasiassa vahingoittumattomina ja pienellä energiamäärällä.

Yksivaihemenetelmän energian tarve kuitujen erotuksessa, jolloin esikuumennusta seuraa toistensa suhteen pyörivällä jauhinkiekoilla varustetussa jauhimessa tapahtuva jauhatus, on erään tunnetun menetelmän mukaisesti ainoastaan 250 - 300 kWh/massatonni. Saatu kuitumassa soveltuu erinomaisesti kuitulevyjen valmistukseen. Sitä vastoin se ei ole osoittautunut sopivaksi vaadittavari lujuuden omaavan paperin valmistukseen. Massan käyttökelpoisuutta rajoittaa pääasiassa se, että voimakkaasti verkkoutuneet polymeerit aiheuttavat liian jäykkiä kuituja sekä kuituja, jotka vain vaivoin voidaan tehdä joustavammiksi ja fibrilloida siinä määrin kuin on tarpeen, jotta paperi saisi oikeat ominaisuudet. Jotta päästäisiin lähelle lopputuotteen toivottuja ominaisuuksia, on massan käytävä läpi useita jauhatusvaiheita, jotka vaativat hyvin suuria energiamääriä, jotka eivät käytännössä voi tulla kysymykseen.

Viime aikoina on kehitetty ns. kuumahiertovalmistusmenetelmä, jossa lähtöaine, kuten hake, ennen kuidutusta ja jauhatasta kuumennetaan hieman alhaisempaan lämpötilaan, esim. 120-130°C:een, jossa edellä mainittu pehmitys tapahtuu ainoastaan osittain. Tämä menetelmä antaa paperinvalmistukseen erinomaisen kuitutuotteen, koska kuidut on pitkälti fibrilloitu ja tehty joustaviksi. Se vaatii kuitenkin huomattavan määrän enenergiää, nimittäin 2.000 kWh/massatonni tai hieman sen alle.

Ensin mainitun menetelmän esikuumennuksen ja toisen jauhatusvaiheen korkea lämpötila aiheuttaa kuitumassan tummumista, joka kuitenkin voidaan ainakin suurimmaksi osaksi eliminoida joko lisäämällä lähtöaineeseen pehmittimiä tai valkaisuaineita. Edellisessä tapauksessa voidaan nimittäin kuiduttava kuitujen erotusvaihe suorittaa alemmassa lämpötilassa, mikä aiheuttaa vähemmän tummumista.

Keksinnön tarkoituksena on saada aikaan menetelmä kuitumassan valmistamiseksi yli 90 %:n saantona, jolloin massalla on paperin kannalta oikeat ominaisuudet ja käytetty kokonaisenergiämäärä on selvästi alhaisempi kuin nykyisissä mekaanisen massan valmistusmenetelmissä, kuumahiertomenetelmä mukaan lukien. Keksinnön lähtökohtana on edellä mainittu menetelmä, jossa ennen ensimmäistä jauhatusvaihetta käytetään korkeaa esikuumennuslämpötilaa, joka on yli 140°C. Keksintö on pääasiassa tunnettu siitä, että massalle suoritetaan, jotta se saisi hyvät paperia muodostavat ominaisuudet, alussa tapahtuvan kuitujen erotuksen jälkeen muu käsittely kuin jauhatus

pienellä energiamäärällä erotettujen kuitujen koossapysyvien sidosten rikkomiseksi. Tämä käsittely on edullisesti elektronisäteilytys.

Keksinnön mukaisesti on todettu olevan mahdollista saavuttaa halutut ominaisuudet alhaisella energiamäärällä, joka on alle 500 kWh/massatonni ja mieluiten 100 - 300 kWh/massatonni, seuraavassa toisessa jauhatusvaiheessa. Toinen jauhatusvaihe suoritetaan ensimmäisen tavoin edullisesti kiekkotyypissä jauhimessa. Käytetty kokonaisenergiamäärä alenee siten kuumakiertomenetelmään verrattuna alle puoleen tai noin neljännesosaan.

Esikuumennuslämpötilan ylärajaksi voidaan asettaa $180-190^{\circ}\text{C}$, ja lämpötilan on edullisesti oltava alueella $150 - 170^{\circ}\text{C}$. Menetelmän saanto on n. 95 % eli samaa suuruusluokkaa kuin tavanomaisessa kuumahiertomenetelmässä.

Elektronisäteilytys suoritetaan siten, että massa, jonka kuivapitoisuus on 10 - 90 %, saa viipyä 1 - 20 sekunnin ajan elektrodien välissä elektronisäteilytykseen tarkoitettussa suurjännitelaitteessa. Elektronisäteilytysannoksen on oltava 0,1 - 0,5 MRad.

Esikuumennuksen ja ensimmäisen jauhatusvaiheen korkeassa lämpötilassa tapahtuva kuitumassan tummuminen voidaan estää tai eliminoida lisäämällä pehmittimiä tai valkaisuaineita. Tätä tarkoitusta varten ja lähtöaineen amorfien polymeerien pehmituksen helpottamiseksi voidaan lämpöesikäsittelyssä lisätä 0,1 - 0,5 % natriumvetysulfiittia.

Kuituaineen käsittely ennen elektronisäteilytystä ja sen jälkeen voi tapahtua esim. ruotsalaisesta patentista n:o 303,088 tunnetulla laitteistolla. Lähtöaine, esim. puuhake, syötetään kenosyttimeillä tai ruuvisyöttimellä esikuumentimeen, jossa hake nopeasti kuumennetaan höyryllä yli 140°C :n, esim. 170°C :n lämpötilaan. Hake syötetään sen jälkeen tässä lämpötilassa ja vastaavassa höyrynpaineessa kiekkokuiduttimeen, jossa sille suoritetaan ensimmäinen jauhatus. Kokonaispitoajan esikuumentimessa ja kuiduttimessa valitsevassa lämpötilassa on oltava lyhyt ja siten korkeintaan 5 minuuttia. Tämän käsittelyn avulla kuidut erotetaan oleellisessa määrin toisistaan, mutta kuitumassa ei ole paperinvalmistuksen kannalta vielä sopiva loppujauhatukseen.

Kuidutetulle kuitumassalle suoritetaan nyt elektronisäteilytys laitteistossa, johon kuuluu mm. suurjännitekiihdytin, säteilyn

fokusointilaite, säteilytetyn tuotteen kuljetuslaite sekä säteilynsuoja. Laite voi olla merkkiä Dynamitron, jota valmistaa Radiation Dynamics, New York, USA. Elektrodien välille kehitetään 1,5 MV:n tasajännite. Elektronisäteilytyslaitteen läpikulkua varten alennetaan massan lämpötilaa ja painetta esim. ilmakehän paineeseen. Elektronisäteilytyksen avulla rikotaan kuitujen sidoksia ja helpotetaan kuitujen muuttumista joustavammiksi ja erottamista jatkojauhatussessa.

Kuitumassa joutuu sen jälkeen toiseen jauhatusvaiheeseen, joka suoritetaan kiekkojauhimesta ensimmäiseen vaiheeseen verrattuna alemmassa paineessa ja lämpötilassa, kuten huoneen lämpötilassa. Kuituaineen tummumisen estämiseksi lisätään massaansa samanaikaisesti pehmitintä tai valkaisuainetta, kuten natriumvetysulfiittia, ainakin ensimmäisen jauhatusvaiheen aikana.

Erityisenä esimerkkinä voidaan mainita, että, esikuumentimeen syötettävän havauppuhakkeen kuivapitoisuus on n. 40 %. Ensimmäisen jauhatusvaiheen lämpötila on 170°C , jossa jauhettavaa tuotetta pidetään 2 minuutin ajan. Aineen kulkiessa kiekkokuiduttimen läpi syötetään energiaa 250 kWh/tonni ainetta, jolloin puuhake kuitutetaan pääasiassa erillisiksi kuiduiksi saannon ollessa n. 96 %. Elektronilaitteessa kuitumassalla on alhaisempi kuivapitoisuus eli n. 20 %. Kuljetushihnalla kuljetetun kuitumassan säteilytykseen voidaan käyttää kokonaisannosta 0,15 MRad. Toisessa jauhatusvaiheessa kuitumassalla on vieläkin alhaisempi kuivapitoisuus eli 10 %, ja energiaa käytetään nyt n. 100 kWh/massatonni. Massan kokonaisuus saanto puusta on n. 95 %.

Valmiin massan ominaisuuksia tutkitaan valmistamalla standardsidoituja laboratorioarkkeja, joiden pintapaino on 70 g/m^2 , 50 %:n suhteellisessa ilman kosteudessa ja 20°C :ssa vetokoelaitteessa. Seuraavat arvot on saatu.

Paperiarkkien katkeamispituus
km

Yllä olevan mukaisesti, mutta ilman elektronisäteilyä valmistettu paperi	0,1
Keksinnön mukaisesti valmistettu paperi	4,9

Huomataan, että keksinnön mukaisesti valmistetulla massalla on katkeamispituus, joka vastaa parhaita kaupallisia mekaanisia massoja.

Käytetty kokonaisenergiamäärä on yllä kuvatun esimerkin mukaisesti alle 400 kWh/massatonni verrattuna 1500 - 2000 kWh:iin/tonni mekaanista massaa tähän asti käytettyjen menetelmien mukaisesti, kuumahiertomenetelmä mukaan lukien.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä kuitumassan valmistamiseksi lignoselluloosapitoisesta aineesta, jolloin menetelmä käsittää höyrysesikuumennusvaiheen, ensimmäisen kuituja erottavan vaiheen jauhimessa yli 140°C :n lämpötilassa ja tätä vastaavassa höyryn paineessa ja ainakin yhden lisäjauhatusvaiheen alhaisemmassa lämpötilassa ja paineessa, t u n n e t t u siitä, että massalle suoritetaan, jotta se saisi hyvät paperia muodostavat ominaisuudet, ensimmäisen kuidutusvaiheen jälkeen muu käsittely kuin jauhatus pienellä energiamäärällä erotettujen kuitujen koossapysyvien sidoksien rikkomiseksi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuiduille suoritetaan vaiheiden välillä elektronisäteilytys, jonka annos on 0,1 - 0,5 MRad.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kummankin vaiheen jauhatus suoritetaan energiamäärällä, joka on pienempi kuin 500 ja mieluiten 100 - 300 kWh/massatonni.

Den färdiga massans egenskaper provas genom tillverkning av standardiserade laboratorieark med en ytvikt av 70 g per m², vid 50% relativ luftfuktighet och 20°C i dragprovningsapparat. Följande värden har erhållits.

Slitlängd för pappersark

km

Papper framställt av massa enligt
ovan men utan elektronstrålning

0,1

Papper framställt av massa enligt
uppfinningen

4,9

Det framgår att med förfarandet enligt uppfinningen massan har en slitlängd i nivå med de bästa kommersiella mekaniska massorna. Den totala energiinsatsen är enligt det ovan beskrivna exemplet mindre än 400 kWh per ton massa att jämföras med 1500 - 2000 kWh per ton för mekanisk massa enligt hittills tillämpade metoder inkluderande den termomekaniska metoden.

Anspråk

1. Sätt att framställa fibermassa av lignocellulosahaltigt material vilket omfattar ett ångförvärmningssteg, ett första fiberfriläggande steg i en malapparat vid en temperatur överstigande 140°C och häremot svarande ångtryck och minst ett ytterligare malningssteg vid lägre temperatur och tryck

kännetecknat därav att massan för att erhålla goda pappersbildande egenskaper efter första defibrerande steget underkastas en behandling av annan art än malning med låg energinsats i avsikt att bryta främst de kohesiva bindningarna i de frilagda fibrerna.

2. Sätt enligt patentkravet 1 kännetecknat därav att fibrerna mellan stegen utsättes för en elektronbestrålning till en dos av 0,1 - 0,5 MRad.

3. Sätt enligt patentkravet 1 eller 2 kännetecknat därav att malningen i vartdera steget genomföres med en energinsats av mindre än 500 och helst 100 - 300 kWh per ton massa.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utlägg-
nings- och patentskrifter:

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien _____

P 1365642 (D1/B1/02)

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige _____

P 368595 (D2/D1/30)

Saksa - BRD - Tyskland _____

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA _____

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

9.11.1983

[Signature]

Allekirjoitus