

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 940039 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **940039**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**B27K 5/00
B27K 5/06**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **05.01.1994**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **05.01.1994**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **09.07.1994**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

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

08.01.1993 EP 93200045

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Shell Internationale Research Maatschappij B.V., Carel Van Bylandtlaan 30, 2596 HR Den Haag, ALANKOMAAT, (NL)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Rem, Peter Carlo, Netherlands, ALANKOMAAT, (NL)

2 •van der Poel, Hans, Netherlands, ALANKOMAAT, (NL)

3 •Ruyter, Herman Petrus, Netherlands, ALANKOMAAT, (NL)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Menetelmä huonolaatuisen puun jalostamiseksi

Förfarande för förädling av trä med dålig kvalitet

Menetelmä huonolaatuisen puun jalostamiseksi

5 Keksintö koskee menetelmää huonolaatuisen puun jalostamiseksi ympäristöystävällisellä tavalla, sekä tällä menetelmällä saatua korkealaatuista puuta. Tällainen menetelmä tunnetaan EP-julkaisusta O 373 726.

10 Tämän julkaisun mukaan selluloosasta johdettu kuituaggregaatti muodostetaan selluloosasta johdetusta kuitumateriaalista menetelmän mukaisesti, joka sisältää pehmenysvaiheen, jossa osa selluloosasta johdettua kuitumateriaalia altistetaan vesipitoisen pehmenysaineen vaikutukselle lämpötilassa 150 °C - 220 °C paineessa, joka vastaa ainakin pehmenysaineen tasapainohöyrynpainetta toiminta-alueen lämpötilassa, jolloin selluloosakuitumateriaalin
15 sisältämä hemiselluloosa ja ligniini ainakin osittain dehydrolysoituu ja osittain hydrolysoituu; ja kovetusvaiheen, jolloin pehmenysvaiheesta saatu materiaali kuivataan 100 °C:n ja 220 °C:n ristisidoksia sisältävän selluloosamatriisiin aikaansaamiseksi.

20 Edellä mainitun menetelmän mukaisesti puu kuumentetaan ja kuivataan perinteisin tavoin. Nämä menetelmät perustuvat lämmönjohtokykyyn, jonka avulla puun lämpötilaa nostetaan ja sen sisältämä vesi haihdutetaan. Kyseisessä menetelmässä toisaalta puun huono lämmönjohtokyky ja toisaalta menetelmän kemian herkkyys pitkille kuumennusajoille johtavat rajoituksiin tuotteen paksuudessa ja laadussa. Lisäksi on todettu lämpötila-, paine- ja kosteuspi-
25 suusgradienttien aiheuttavan rasituksia puussa, jotka saattavat johtaa sekä halkeamiin että mekaanisen lujuuden heikkenemiseen. Lopuksi pitkistä kuumentamisajoista seuraa alhainen tuotanto ja siten epätaloudellinen menetelmä.

30 Nyt on todettu, että yllä mainitut ongelmat voidaan välttää käyttämällä vaihtoehtoisia tuotantotekniikoita, jotka perustuvat sähköiseen tai dielektriseen kuumentamiseen. Tästä syystä kyseessä olevan keksinnön kohteena on
35

menetelmä, jonka mukaan huonolaatuista puuta jalostetaan hyvälaatuisiksi puuksi seuraavien vaiheiden avulla:

a) pehmentämällä puuta kuumentamalla sitä suoraan sähköisesti vesipitoisen väliaineen läsnä ollessa paineessa, joka vastaa ainakin vesipitoisen väliaineen tasapainohöyrypainetta toimintalämpötilassa;

b) kuivaamalla pehmennetty puu;

c) kovettamalla kuivattu puu;

d) jäädyttämällä kovetettu puu.

10 Lähtömateriaali, jota käytetään kyseisessä keksinnössä, on kohtalaisen huonolaatuista puuta, mieluiten tuotetta materiaalia, jolloin kosteushäviöt on tästä estetty. Mikäli valittu lähtömateriaali on kuivattu, sen kosteuspitoisuutta edeullisesti on nostetaan asettamalla se kosketukseen veden tai höyryn kanssa. Lähtömateriaali, jonka
15 kosteus on 67 - 150 paino-% laskettu (kuiva-ainepitoisuudesta) on erityisen edullinen. Lähtömateriaali on edullisesti puun runkoja tai lautoja eli puun pituussuuntaisia osia. Vähimmäispituus on edullisesti 25 cm, edullisemmin
20 pituus on vähintään 50 cm, edullisimmin pituus on kuitenkin ainakin 1 m. Yleensä käytetään ainakin 1,5 m, aina 4 m:iin saakka, tai jopa 6 metriä pitkiä puunosia. Yleensä lähtömateriaalin leveyden ja paksuuden on oltava ainakin 2 x 2 cm, edullisemmin 3 x 3 cm, edullisimmin 4 x 4 cm. Lähtömateriaalin eri osat ovat edullisesti samanpituisia tai
25 lähes yhtä pitkiä. Lähtömateriaalin poikkileikkaus voi olla neliön tai suorakaiteen muotoinen, mutta myös ympyrän, puoliympyrän, tai jopa epäsäännöllisen muotoinen halkaisija on mahdollinen.

30 Vaikka kyseessä olevaa menetelmää voidaan soveltaa suuritiheyksiseen puuhun, jolloin saadaan huomattavasti paremmat vedenkesto-ominaisuudet, menetelmällä saadaan enemmän etuja, kun sitä sovelletaan kevyeen puuhun, joka on usein saatu nopeasti kasvavista puulajeista. Tässä tapauksessa puun mekaaniset ominaisuudet sekä vedenkesto
35

paranee huomattavasti. Esimerkkejä puulajeista, jotka tuottavat sellaista puuta, ovat kuusi, poppeli, paju, pyökki, mänty ja eukalyptus.

5 Puu pehmennetään vesipitoisen väliaineen läsnä ollessa korotetussa lämpötilassa. Tässä pehmentämisvaiheessa puun hemiselluloosa ja ligniini muuttuvat molekyylipainoiltaan pienemmiksi komponenteiksi. Lämpötilan ylä raja on lämpötila, jossa puun selluloosakuitumateriaali hajoaa lämmön vaikutuksesta. Yleensä käytettävä lämpötila on 140
10 - 240 °C, pehmennysvaiheen kestäessä 2 minuutista 1 tuntiin.

Vesipitoinen väliaine on sopivasti vesi.

Toimintalämpötila on edullisesti 160 - 220 °C, edullisemmin 180 - 200 °C pehmennysvaiheen kestäessä edullisesti 1 minuutista 2 tuntiin, edullisemmin 2 minuutista 20 minuuttiin.

Pehmennysvaiheen kesto vaihtelee riippuen tarkoista olosuhteista, joissa pehmennysvaihe suoritetaan. Tässä suhteessa on koettu, että erittäin pitkät viipymäajat lämpötiloissa 120 °C:sta 160 °C:seen saattavat edistää materiaalin haitallisia sivureaktioita, jotka voivat johtaa lopputuotteen laadun huononemiseen. Tämän vuoksi lähtömateriaali tulisi edullisesti kuumentaa pehmennysvaiheen toimintalämpötilaan mahdollisimman lyhyessä ajassa. Lisäksi pehmennysvaiheen kesto on edullisesti mahdollisimman lyhyt. Tämä voidaan toteuttaa erittäin yksinkertaisen sähköisen tekniikan avulla, jota kutsutaan ohmiseksi kuumentamiseksi, jolloin puuta käsitellään sähköisenä vastuksena ja materiaalin lämpötilaa lisätään johtamalla siihen sähkövirta. Tämä mahdollistaa sen, että puu saadaan sekä homogeenisesti että tehokkaasti vastaamaan haluttuja prosessiolosuhteita, yleensä korkeintaan kymmenessä minuutissa. Sen takia pehmennysvaihe suoritetaan edullisesti ohmisen kuumentamisen avulla.

Menetelmän kuumennusvaihetta, ohmista kuumennusta käytettäessä, on mahdollista soveltaa minkä tahansa kokoiseen materiaaliin.

Ohmista kuumentamismenetelmää voidaan myös edullisesti soveltaa ainakin osaan myöhempää kuivausvaihetta, edullisesti sen ensimmäisessä osassa.

Lisäksi lämpötilaa voidaan nostaa halutulle tasolle aiheuttamatta puulle minkäänlaista termistä tai mekaanista rasitusta kuumentamalla puuta sähköisesti. Ohmiseen kuumentamiseen perustuva laitteisto voi periaatteessa olla hyvin yksinkertainen käsittäen pääasiallisesti autoklaavin ja sähkölähteen. Autoklaavissa puuosat, mieluummin tuore puu, voidaan kuumentaa haluttuun pehmentämislämpötilaan johtamalla sähkövirta, edullisesti vaihtovirta, puuhun, joka on sijoitettu ainakin kahden elektrodin väliin. Osat sijoitetaan edullisesti elektrodien väliin puusyiden ollessa edullisesti poikittain suhteessa sähkövirtaan.

Pehmennys voidaan suorittaa varmistamalla läheinen ja suora kosketus puuosien ja elektrodien välillä sekä osien välillä. Tämä on toteutettavissa varsinkin samankokoisten ja -muotoisten osien välillä, joiden osien poikkeileikkaukset ovat edullisesti soikeita. Edullisemmin puuosien pehmentäminen voidaan suorittaa upottamalla osat sopivaan sähköä johtavaan vesipitoiseen väliaineeseen, johon myös elektrodit on sijoitettu. Tässä yhteydessä termi, "sopiva sähkönjohtokyky", viittaa siihen johtokyvyn asteeseen, joka pehmentämisvaiheessa on hyvin samanlainen kuin pehmennettävien osien johtavuuskyky. Kun puu on pehmennetty, se kuivataan, mieluiten pehmennyslämpötilassa ja lopulta kovetetaan. Yksinkertaisimmissa laitteissa huonolaatuinen puu tulee autoklaaviin tuoreena ja poistuu autoklaavista hyvälaatuisena tuotteena, jota tarvitsee ainoastaan jääähdytyksen ennen käsittelyä.

Ohmisen kuumentamisen aikana lisätyn jännitteen tulee olla 10 - 200 V puutukkien välillä, elektrodien vä-

lisen etäisyyden tulee kuitenkin edullisesti olla 80 - 120 V jokaista cm elektrodien väliä kohti, puun hajoamisjännitteen ollessa noin 200 V/cm. Vaihtovirralla, jota käytetään edullisesti ohmisen kuumentamisen aikana, voi olla mitä tahansa taajuutta, mutta edullisesti tämän vaihtovirran taajuus 50 tai 60 Hz, koska tämä on saatavissa yleisistä jakelujärjestelmistä. Jotta ohminen kuumentamistekniikka ymmärrettäisiin paremmin, on viitteenä kaksi teknisen kirjallisuuden artikkelia: a) "Ohmic heating - a new process for the food industry" by R. Stirling, in "Power Engineering Journal", November 1987, s. 365 - 371. b) "The development and application of Ohmic heating of particulate foodstuffs", ed. Elsevier, Amsterdam, 1989, s. 17 - 27.

Kuten edellä mainittiin ei ainoastaan keksinnön mukaisen menetelmän pehmennysvaihe, vaan myös osa kuivausvaihetta voidaan suorittaa ohmisella kuumennuksella. On suositeltavaa, että kuivausvaiheen tässä osassa vesi poistetaan puusta, haihduttamalla, 50 %:n kosteuspitoisuuteenlaskettuna kuiva-aineesta. Sen jälkeen kuivausvaihe voidaan suorittaa loppuun dielektrisesti eli kuumentamalla radiotaajuudella (RF) tai mikroaaltojen avulla. Kyseisen menetelmän koko kuivausvaihe voidaan suorittaa dielektrisesti. Kuivausta voidaan myös ainakin osittain tehostaa perinteisillä haihduttamismenetelmillä, sekä sen ja dielektrisen menetelmän yhdistelmällä. Kuivausvaiheen lopussa kosteus on edullisesti 0 - 15 paino-%, kuiva-aineesta laskettuna. Radiotaajuuskuumentamisessa virran taajuus on 10 kHz:n ja 300 MHz:n välillä, edullisesti 27 MHz. Mikroaaltokuumentamisessa taajuus on 300 MHz:n ja 10 GHz:n välillä.

Keksinnön edullisen lisäsuoritusmuodon mukaisesti sekä pehmennys- että kuivausvaihe suoritetaan dielektrisellä kuumennuksella, edullisesti radiotaajuus-(RF)-kuumennuksella, taajuudella 10 kHz - 300 MHz, jolloin käytet-

ty amplitudi on edullisesti 2 500 - 20 000 V/m. Käytettäessä pehmennysvaiheessa dielektristä kuumentamista, kuumentamisen on edettävä suoralla ja läheisellä kontaktilla puuosien ja elektrodien välillä ja sen takia osien poikileikkauksien on oltava soikeat, kuten aikaisemmin kuvattiin.

Dielektrisen pehmentämisvaiheen jälkeen kuuma puu kuivataan, käyttämällä mieluiten samaa radiotaajuusvoimälähdettä kuin pehmentämisvaiheessa, poistamalla höyryä vakioaineessa, edullisimmin 10 - 20 baarin paineessa. Puun lämpötilan kuvausvaiheessa tulee olla 90 - 200 °C, edullisimmin 100 - 160 °C.

Minkä tahansa edellä kuvatun kuivausvaiheen toisessa osassa voidaan kuumaan, pehmennettyyn puuhun kohdistaa vaihtoehtoisesti ulkoinen mekaaninen paine, puun puristamiseksi pienempään tilavuuteen, täten tehden se huokoisemmaksi ja läpäisevämmäksi. Edullisesti tämä paine on 0,1 - 10 baaria ja puun tilavuuden väheneminen on 10 - 70 %. Kun mekaaninen paine kohdistetaan kuivattuihin osiin minkä tahansa kuivausvaiheen toisessa osassa, on edullista, että kuivatun puun kosteuspitoisuus on 0 - 5 paino-%, laskettuna kuiva-aineesta sopivia keinoja mekaanisen paineen kohdistamiseksi pehmennettyihin ja kuivattuihin osiin ovat esimerkiksi puristus levypuristimella tai muotissa. Kuivausvaiheen jälkeen kuivattu ja mahdollisesti puristettu puu kovetetaan.

Kovetusvaihe suoritetaan edullisesti vakio-
lämpötilassa 100 - 240 °C, edullisemmin 160 - 220 °C, paineen ollessa 1 - 2 baaria, aika välillä 20 - 90 minuuttia.

Kovetusvaiheen jälkeen puu jäähdytetään. Tämä suoritetaan millä tahansa sopivalla menetelmällä.

Tämän keksinnön mukaisella menetelmällä käsitellyn puun lujuus- ja kestävyysominaisuudet epäedullisissa olosuhteissa ovat samat kuin trooppisen lehtipuun vastaavat

ominaisuudet, mikä ilmenee seruraavasta esimerkistä, johon keksintö ei ole millään tavalla rajoitettu.

Esimerkki 1

5 Tuoreen poppelin osia ($200 \times 15 \times 2 \text{ cm}^3$) käsiteltiin keksinnön mukaisesti suljetussa autoklaavissa menetelmällä, jossa osat olivat suorassa ja läheisessä kosketuksessa elektrodeihin, ulkoisen vesifaasin poissa ollessa. Pehmenysvaihe suoritettiin ohmisesti kuumentamalla $195 \text{ }^\circ\text{C}$:n lämpötilassa, 10 minuutin ajan 110 V/cm alkujännitteellä.

10 Kuivausvaihe suoritettiin mikroaalloilla kuumentamalla $110 \text{ }^\circ\text{C}$:n lämpötilassa, 20 minuutin ajan, ilmakehän paineessa. Dielektrisen kentän taajuus oli $2,4 \text{ GHz}$. Koveutusvaiheessa kuumat osat sijoitettiin kuumaan puristimeen 60 minuutiksi $195 \text{ }^\circ\text{C}$:n lämpötilaan ja paineistettiin 6 baarin paineella.

Lankut jäähdytettiin sen jälkeen ympäristön lämpötilaan jättämällä ne esille ulkoilmaan.

20 Käsitellyillä näytteillä oli tiheys 700 kg/m^3 ja kovuus 40 shore D, ja kyseisen käsittelyn aikana paino väheni 25 %.

25 $12 \times 1 \times 0,5 \text{ cm}^3$ kokoisia näytteitä leikattiin käsitellyistä lankuista. Nämä näytteet pantiin ulkoilmaan kestävyyskokeeseen. Näytteet ripustettiin niin, että puolet pituudesta oli upotettu veteen ja toinen puolikas oli ilmassa veden yläpuolella. Tämä kestävyyskoe kesti syyskuusta 1990 helmikuuun 1992 loppuun asti. Kokeen jälkeen näytteet kuivatettiin ja niiden lujuus- ja painohäviöt mitattiin. Näytteiden lujuuden vähenemisen määrittämiseksi, kimmokerroin E mitattiin, ennen ja jälkeen ulkoilman kestävyyskoetta, ISO 178-1975 (E) standardin mukaisesti.

$$\text{Lujuuden väheneminen} = \frac{E_1 - E_2}{E_1} \times 100 \%$$

35

E_1 = näytteen kimmokerroin ennen koetta, megapascalina,

E_2 = näytteen kimmokerroin kokeen jälkeen, megapascalina.

$$\text{Painon väheneminen} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \%$$

- 5 W_1 = näytteen paino ennen koetta grammoina, kuiva-aineesta laskettuna,
 W_2 = näytteen paino kokeen jälkeen grammoina, kuiva-ainesta laskettuna.

10 Kuviossa 1 lujuuden väheneminen on piirretty pysty-suoralle akselille ja painon väheneminen vaakasuoralle akselille. Mustat pisteet edustavat poppelinäytteiden arvoja, jotka on käsitelty keksinnön mukaisesti. Roomalaiset numerot I osoittavat ei-käsitellyn trooppisen lehtipuun näytteet, teakpuusta ja azobesta, jotka on testattu samalla tavalla kuin käsiteltyt poppelinäytteet. Roomalaiset numerot V osoittavat käsittelemättömien poppelinäytteiden huononemisen, nämä näytteet on myös testattu kuten käsiteltyt poppelinäytteet.

20 Kuviosta 1 ilmenee selvästi, että keksinnön mukaisella menetelmällä huonolaatuisten poppelipuun laatua voidaan parantaa hyvälaatuisten trooppisen lehtipuun tasolle.

Esimerkki 2

25 6 x 6 x 10 cm³ kokoinen näyte tuoreesta poppelista upotettiin suljettuun autoklaaviin, jossa oli kaksi elektrodia. Autoklaavin sisältö, kuumennettiin 195 °C:seen, jossa sitä pidettiin 5 minuuttia asettamalla elektrodien väliin 100 V/cm:n alkujännite. Tämän jälkeen autoklaavista poistettiin nestemäinen faasi, jota seurasi autoklaavin ohjattu asteittainen paineen vähentäminen ilmakehän tasolle. Samanaikaisesti näytteen kosteus osittain haihdutettiin ja lämpötila laskettiin 100 °C:seen. Näyte kuivatettiin edelleen tavanomaisessa mikroaaltouunissa lämpötilassa 110 °C, 25 minuutin ajan, taajuudella 2,4 GHz. Tästä johtuen kosteus laski 150-paino-%:ista 11 paino-%:iin laskettuna kiintoaineista.

35

Lopuksi näytettä kuumennettiin kahden kuuman levyn välissä 60 minuutin ajan 195 °C:ssa ilman paineen lisäystä; tämän jälkeen näyte jäähdytettiin 90 °C:seen jäähdyttämällä levyt. Lisäjäähdytys ympäristön lämpötilaan suoritettiin ulkoilmassa.

Käsitellyn näytteen tiheys oli 510 kg/m³ ja Shore D kovuus 45. Kyseisen käsittelyn aikana painon väheneminen oli 20,3 paino-%.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä huonolaatuisen puun jalostamiseksi hyvälaatuiseksi puuksi seuraavien vaiheiden avulla:

5 a) pehmentämällä puuta kuumentamalla sitä suoraan sähköisesti pehmennysaineen läsnä ollessa paineen ollessa vähintään yhtä suuri kuin pehmennysaineen tasapaino höyrynpaine toimintalämpötilassa.

b) kuivaamalla pehmennetty puu;

10 c) kovettamalla kuivattu puu;

d) jäähdyttämällä kovetettu puu.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytettävä pehmennysaine on vesi ja pehmennys suoritetaan lämpötilassa 160 - 220 °C ja jossa pehmennysvaiheen kesto on 2 minuutista 2 tuntiin.

3. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pehmennysvaihe ja osa kuivausvaiheesta suoritetaan ohmi-kuumennuksella.

20 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuivausvaihe suoritetaan dielektrisesti.

5. Patenttivaatimusten 3 tai 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sähköinen kuumentaminen suoritetaan jännitteen ollessa 10 - 200 V/cm.

6. Patenttivaatimusten 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pehmennysvaihe ja kuivausvaihe suoritetaan dielektrisen kuumentamisen avulla.

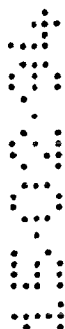
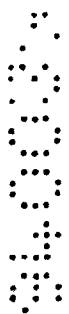
30 7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytettävä taajuus on 10 kHz - 300 MHz ja käytettävä amplitudi on 2 500 V/M - 20 000 V/m.

8. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuivatus suoritetaan 100 - 220 °C:ssa ja paineessa 1 - 20 baaria.

9. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnnettu siitä, että kovetus suoritetaan 160 - 220 °C välillä, paineen ollessa 1 - 20 baaria, aikavälillä 20 minuutista 90 minuuttiin.

5

10. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnnettu siitä, että kuivatusvaiheen toisessa osassa kohdistetaan kuumaan pehmennettyyn puuhun ulkoinen mekaaninen paine, joka on 0,1 - 10 baaria.



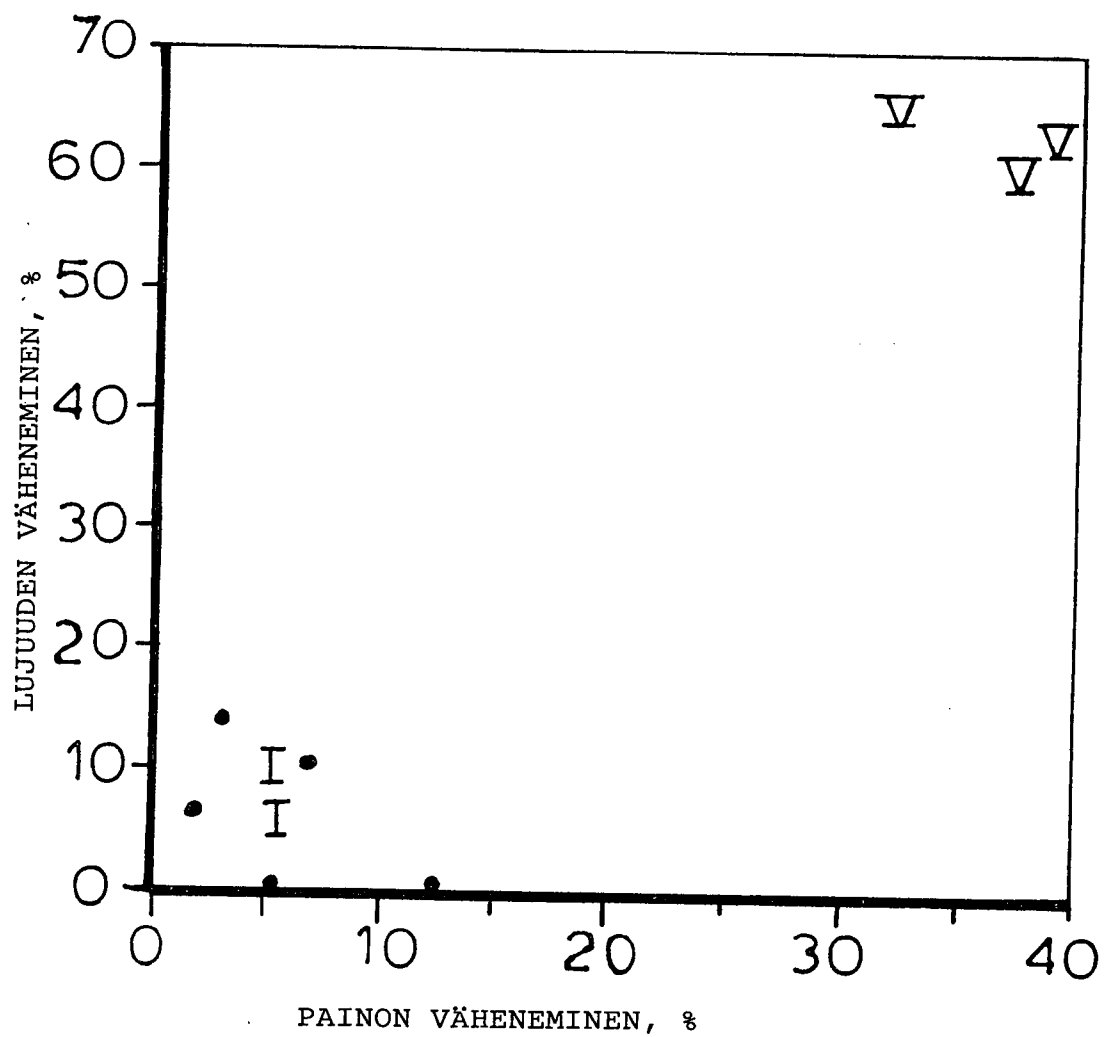


FIG.1