



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) № 157828

(51) Int. Cl.⁴ D 21 B 1/02, D 21 C 1/00

(21) Patentsøknad nr. 834751

(22) Inngivelsesdag 22.12.83

(24) Løpedag 22.12.83

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **BILLERUD AKTIEBOLAG,**
Box 60,
S-661 00 Säffle, Sverige.

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 13.07.84

(44) Utlegningsdag 15.02.88

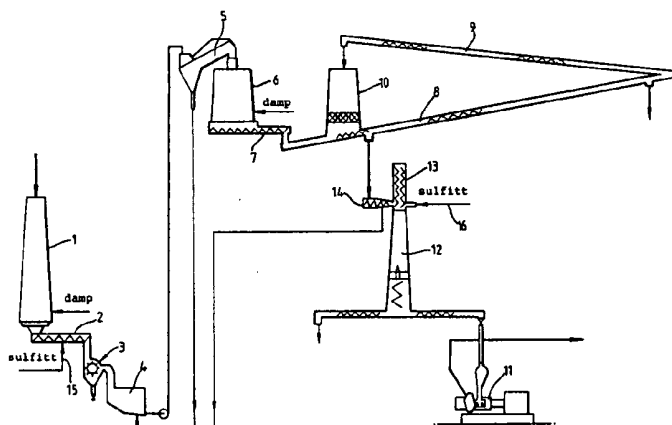
(72) Oppfinner BJÖRN M.S. DILLNER, Säffle,
BRITA ELISABET SWAN, Säffle,
CARL THOMAS CLAES OTTO, Hammarö,
Sverige.

(74) Fullmektig Siv.ing. Tormod Vadla,
Vadlas Patentbureau, Fredrikstad.

(30) Prioritet begjært 12.01.83, SE, nr. 8300124.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **BEHANDLING AV TREFLIS.**

(57) Sammen drag Oppfinnelsen vedrører behandling av treflis for fremstilling av kjemi-termomekanisk masse, såkalt CTMP. Etter predamping og impregnering, vasking og tørking, men før sluttimpregnering, forvarming og raffinering holdes flisen under et mellomliggende trinn ved en temperatur på minst 50° under en tid på minst 10 minutt.



(56) Anførte publikasjoner BRD (DE) utl.skrift nr. 2606718 (D21C 1/06),
Svensk (SE) utl.skrift nr. 408312 (D21B 1/16),
USA (US) patent nr. 4211605 (162-64).

Nærværende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte ved behandling av treflis for fremstilling av kjemi-termomekanisk masse, kjent som CTMP.

Kjemi-termomekanisk masse, kjent som CTMP, har begynt å finne økt anvendelse istedenfor kjemisk masse i flere produkter, og da i den hensikt å forbedre utbyttet der hvor tilgangen på råmateriale er begrenset. Før raffinering blir treflis vanligvis behandlet i en rekke prosesser, som består av vasking av treflis, basning, trykkimpregnering og forvarming. Som impregneringsmiddel anvendes vanligvis natriumbasert nøytral sulfitt, men også ammoniumbasert sulfitt kan anvendes. Fremgangsmåten med tottrinns impregnering er tidligere kjent, hvorved forimpregnering utføres etter basning men før treflisen vaskes, og i dette tilfelle etterfulgt av avrenning før den endelige impregneringen.

Sammenlignet med termomekanisk masse, TMP, som ikke har vært utsatt for kjemisk påvirkning før raffineringen, oppviser CTMP visse forbedrete egenskaper. Således blir innholdet av silutskudd mindre og innholdet av langfibrer høyere, hvilket gir seg uttrykk i bedre drag- og riveindeks. Det er imidlertid et ønske ytterligere å kunne minske innholdet av silutskudd samt å øke innholdet av langfiber. Dette gjelder spesielt når man ønsker et høyt utbytte av masse som er egnet for væskeboard og/eller som fluffmasse. I det sistnevnte tilfelle ønsker man også en god lyshet, som er en egenskap som imidlertid er av mindre betydning for væskeboard. Hvis det i ett og samme anlegg ønskes å kunne fremstille masser for forskjellige formål, så er det også et ønske på enkel måte å kunne styre behandlingen slik at massen for hvert formål får den ønskede kombinasjon av egenskaper. Det er også et ønske å kunne behandle flisen likeformet, hvorved man kann oppnå en mer homogen raffinert masse etter raffineringen.

De ovenfor nevnte formål kan i høy grad oppnås ved en mer effektiv impregnering samt kjemisk modifisering av massen før raffineringen, som ifølge nærværende oppfinnelse oppnås ved at

flisen etter basning, forimpregnering med H_2O og/eller en sulfitt-løsning, vasking og avvanning men før sluttimpregnering, forvarming og raffinering i et mellomtrinn holdes ved en temperatur på minst $50^{\circ}C$ og under en tid på minst 10 minutt. Sulfitt-løsningen, som vanligvis utgjøres av en natriumsulfitt-løsning, har et pH på fortrinnsvis mellom 4 og 11. Denne behandling vil avstedkomme en betydelig økning av innholdet av langfibrer, hvilket er fordelaktig for fluff og kartong, samt også for alt papir som krever høy rivstyrke. Samtidig oppnås reduksjon med hensyn til innholdet av silutskudd, hvilket i likhet med det høyere langfiber-innholdet synes å bero på det faktum at det å holde varmen før sluttimpregneringen underletter frileggingen av fibre, slik at disse utsettes for mindre skader ved raffineringen. Massen blir også seigere, hvilket også er en ytterligere ønskelig egenskap for boardmasser. Ved denne behandling reduseres dessuten massens innhold av harpiks.

Ved utførte forsøk har man variert mengden tilsatt sulfitt ved forimpregnering og sluttimpregnering, og man har også studert hvilke effekter som oppnås hvis ingen kjemikalier tilsettes før vasking av treflisen finner sted. Resultatene av disse undersøkelser indikerer at innholdet av silutskudd er avhengig av mengden av tilsatte kjemikalier, men at det er av mindre betydning i hvilket stadium av behandlingen kjemikalietilsetning finner sted. Derimot synes det å foreligge en viss risiko for reduksjon i gjennomskinnelighet dersom all sulfitt tilsettes under sluttimpregneringen, hvorved følgende ingen sulfitt tilsettes i samband med vasking av treflisen.

Måten hvorpå treflisen holdes varm ifølge nærværende oppfinnelse under det aktuelle mellomtrinnet som finner sted mellom vasking av treflisen og sluttimpregneringen, kan utføres på forskjellige måter. Ifølge en foretrukket utførelsesform behandles treflisen med damp i et kar for dampbehandling ved atmosfæretrykk. Behandlingen kan også finne sted ved et trykk som ligger litt over atmosfæretrykk. Et annet mulig alterna-

tiv er å oppvarme treflisen under eller etter vaskingen og før flisen overføres til det mellomliggende reaksjonskar hvor treflisen holdes ved den aktuelle temperatur. Hvis nødvendig kan karet være isolert. Et mulig alternativ er også en kombinasjon av de to nevnte metoder. Som allerede nevnt holdes temperaturen inne i det mellomliggende reaksjonskar minst på 50°C. Temperaturen kan økes til maksimalt 99°C ved atmosfæretrykk, men temperaturen kan økes til 105°C ved et maksimalt rykk på 0,2 kp/m² overtrykk. Den optimale temperaturen synes å ligge innenfor et område mellom 60 og 85°C ved atmosfæretrykk.

Oppholdstiden i det foran nevnte kar kan variere. Den optimale oppholdstiden er 30-70 minutter, under hvilken tid sulfitten vil være i stand til å trenge dypt inn i treflisen og til å reagere med selve treet samtidig som dette bløtgjøres ved oppvarmingen. Ytterligere karakteristiske trekk og fordeler ved nærværende oppfinnelse vil fremgå av den etterfølgende beskrivelse av utførte forsøk.

I den følgende beskrivelse av forsøkene som er utført vil det bli henvist til vedlagte tegninger, hvor:

- Fig. 1 skjematisk viser et anlegg for fremstilling av CTMP, hvor behandlingen ifølge nærværende oppfinnelse av flisen er anvendt;
- Fig. 2 i form av et diagram illustrerer inntrengningen av sulfitt i flisen før og etter behandlingen ifølge oppfinnelsen;
- Fig. 3 i form av et diagram illustrerer langfiberfraksjonen til massen som funksjon av densiteten ved forskjellige behandlinger;
- Fig. 4 i form av et diagram illustrerer innholdet av silutskudd som funksjon av Freeness hos masser behandlet på forskjellige måter.

Et anlegg av den type som er vist skjematisk i fig. 1 ble anvendt ved utførelse av forsøkene. Anlegget omfatter et basnings-kar 1, en transportskrue 2, en treflis-vasker 3 med en sandfanger 4 og en avvanner 5, som leder inn i et oppholds- eller mellomliggende reaksjonskar 6 med en mateskrue 7. Mateskruen 7 er forbundet med en ledning 8 for fordeling av flisen før impregnering, forvarming og raffinering. En returledning og en retur-fylletrakt betgens med 9 resp. 10. To eller flere raffinører inngår normalt i anlegget, men figuren viser bare én raffinør 11, hvortil det er koplet en forvarmer 12 og en impregnator 13. Flisen er anordnet for innføring i impregnatoren 13 ved hjelp av en "Prex"-skrue 14 ("Prex" er et varemerke).

Impregneringsvæske kan tilsettes til flisen dels gjennom en ledning 15 til mateskruen 2 før flisvasken 3, og dels gjennom en ledning 16 til impregnatoren 13.

Basningskaret 1 hadde i dette tilfelle et effektivt volum på 20 m^3 med et flisbehov på 15 tonn/h. Holdekaret 6 utgjordes av en beholder som er kjent under handelsnavnet Enso-kar, som har et effektivt volum på 44 m^3 , og i hvis bunn det finnes et innledningsorgan for damp. Flisbehovet for holdekaret, som var 15 tonn i timen, var tilpasset basningskarets kapasitet.

Ved forsøkene ble flis av granved behandlet. Oppholdstiden i basningskaret 1 var 16 minutter og i holdekaret 6 37 minutter ved hvert forsøk. Impregneringsvæskene som ble tilsatt før vasking av flisen, d.v.s. til skruen 2 og til impregnatoren 13, utgjordes av natriumsulfitt - Na_2SO_3 - ved et pH på ca. 9. Varierende mengder impregneringsmidler ble tilsatt ved begge tilførselspunktene. For sammenlignings skyld ble det også utført forsøk uten tilsetninger. Vasking ble utført med kald vaskevæske i den hensikt å oppnå best mulig gjennomtrengning av impregneringsmidlet på i og for seg kjent måte. Eventuelt overskudd av væske ble fjernet i tørkeskruen 5 samt resirkulert. Trykket inne i foroppvarmeren 12 ble variert mellom 1,0 og 1,8 bar. Temperaturene inne i basningskaret 1 og inne i

holdekaret 6 ble variert mellom 75-95°. Temperaturene, trykkene og tilsatte mengder kjemikalier fremgår av tabell 1. Den venstre delen av den første kolonnen, betegnet "prøve", angir de nominelle kjemikalietylsetninger, hvorved første siffer angir den bestemte mengden av kjemikalier som ble tilsatt under for-impregnerings-fasen, d.v.s. til skruen 2, mens det andre sifferet angir den bestemte mengden av kjemikalier som tilsettes impregnatoren 13. Den høyre delen av den første kolonnen angir nominelt trykk på innsiden av for-varmeren.

Tabell 1

Prøve	Basning °C	Holde- kar °C	Forvar- mere bar	Sulfitt pH	Forimpreg- nering kg SO ₂ / t90	Sluttimpreg- nering kg SO ₂ / t90
0/0 -1,0	98	95	1,0	9,0	0	0
0/10-1,0	96	91	1,0	9,1	0	10,1
0/20-1,0	98	89	1,0	8,8	0	20,2
0/30-1,0	98		1,0		0	30,3
0/0 -1,8	81	91	1,8	9,2	0	0
0/10-1,8	91	78	1,8	8,9	0	10,2
0/20-1,8	98	77	1,8	9,0	0	20,4
0/30-1,8	97	76	1,8	8,8	0	29,1
5/0 -1,0	93	86	1,0	9,0	4,9	0
5/10-1,0	68	90	1,0	9,1	4,9	9,9
5/20-1,0	79	91	1,0	9,0	4,9	19,8
5/30-1,0	82	89	1,0	7,3	5,0	29,8
5/10-1,3	95	36	1,27	8,1	2,45	5,5
5/20-1,3	94	93	1,31	8,2	2,60	10,2
5/30-1,3	98	32	1,23	7,1	2,6	16,7
5/0 -1,8	92	88	1,8	8,7	5,2	0
5/10-1,8	95	90	1,8	9,7	5,0	10,0
5/20-1,8	95	87	1,8	9,5	5,1	20,6
5/30-1,8	97	94	1,8	7,3	5,1	30,9
15/0 -1,0	87	89	1,0	7,0	12,0	0
15/5 -1,0	90	85	1,0	9,0	12,0	5,2
15/15-1,0	66	84	1,0	7,7	12,0	15,5
15/0 -1,3	94	86	1,3	9,2	12,0	0
15/5 -1,3	93	93	1,3	9,5	11,6	5,1
15/15-1,3	79	87	1,3	7,8	11,6	15,0
15/0 -1,8	78	88	1,8	9,0	11,6	0
15/5 -1,8	85	95	1,8	9,1	11,6	5,1
15/15-1,8	83	81	1,8	9,0	11,6	15,0

Det viser seg at behandlingen i holdekaret avstedkom en dramatisk forbedring med hensyn til gjennomtrengning i veden av de kjemikalier som ble tilsatt før vaskingen av flis. Dette fremgår av nedenstående tabell 2 samt illustreres også grafisk i diagrammet i fig. 2.

Tabell 2

Svovelinnholdet i små og store flisbiter før og etter holdekaret. Tilsetningen av sulfitt var ekvivalent med 1,2 kg SO₂ før vaskingen av flis.

	Tørrstoff %	Total S g S/kg
<u>Store flisbiter</u>		
før holdekaret	38,0	0,9
etter holdekaret	37,0	1,2
<u>Små flisbiter</u>		
før holdekaret	34,4	1,5
etter holdekaret	35,3	1,7

Det er åpenbart at den effektive inntrengningen av kjemikaliene i veden i kombinasjon med oppholdstiden og temperaturen er gunstig for mykgjøringen av flisen samt for den kjemiske modifiseringen. Dette gir seg også uttrykk i en økt langfiber-fraksjon og redusert innhold av silutskudd etter raffineringen, hvilket fremgår av tabell 3 nedenfor samt av diagrammene i fig. 3 og 4. Figur 4 viser også klart at tilsetningen bør skje i to trinn, d.v.s såvel før flisvaskeren som i impregnatoren for at man skal oppnå lavest mulig innhold av silutskudd, mens fig. 3 indikerer at allerede inntrengningen av vann i veden i kombinasjon med varmebehandlingen i holdekaret 6 forbedrer langfiberfraksjonen. Tilsetningen av sulfitt i forvarmingen motvirker på den annen side en reduksjon av gjennomskinneligheten. Diagrammene 3 og 4 viser også at de beste verdiene oppnås ved en total tilsetning som tilsvarer 25-35 kg SO₂/tonn flis, men at også allerede meget gode verdier oppnås ved en kjemikalietylsetning som tilsvarer 10-20 kg SO₂/tonn.

De utførte forsøkene viser imidlertid ikke klart hvordan kjemikalene bør fordeles mellom forimpregneringen før flisvaskeren 3 og sluttimpregnatoren 13. I nedenstående tabell 3 sammenlignes noen karakteristiske data for silt CTMP for boardfremstilling behandlet ifølge nærværende oppfinnelse og ifølge en kjent behandling med forimpregnering før vasking men uten oppholdende varmebehandling såsom i holdekaret 6. Behandlingen i holdekaret ifølge oppfinnelsen skjedde ved atmosfæretrykk ved hjelp av damp.

Tabel 1 3

	Freeness ml CFS	Innhold av sluttskudd > 0,15 mm	Bauer >30 mesh	McNett <100 mesh	Densitet kg/m ³	Dragindeks kNm/kg	Rivindeks Nm ² /kg
Behandling ifølge opp- finnelsen	300	50	60	18	340	34	9,7
Behandling ifølge kjent teknikk	300	150	50	17	370	31	7,8

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved behandling av treflis for fremstilling av kjemisk modifisert termomekanisk masse, såkalt CTMP, hvorved flisen bases, forimpregneres med vann og/eller sulfittløsning, vaskes, avvannes, sluttimpregneres, forvarmes og raffineres, k a r a k t e r i s e r t v e d at flisen etter basning, forimpregnering, vasking og avvanning men før sluttimpregnering, forvarming og raffinering holdes ved en temperatur på minst 50°C under en tid på minst 10 minutter.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at flisen forimpregneres med en sulfittløsning, fortrinnsvis en natriumsulfittløsning, ved en pH på mellom 4 og 11 før nevnte opphold i et mellomliggende trinn.
3. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at flisen under nevnte mellomliggende trinn holdes ved nevnte temperatur ved å behandles med damp.
4. Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1 - 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at flisen under nevnte trinn holdes ved nevnte temperatur ved at flisen varmes under eller etter vasking, og at flisen deretter holdes varm under nevnte mellomtrinn.
5. Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1 - 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at flisen behandles ved nevnte temperatur under nevnte mellomtrinn i en tid på mellom 30 og 70 minutt.
6. Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1 - 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at temperaturen under nevnte mellomtrinn er $50 - 105^{\circ}\text{C}$ (105°C tilsvarer 0,2 bar overtrykk), fortrinnsvis $60 - 90^{\circ}\text{C}$.

157828

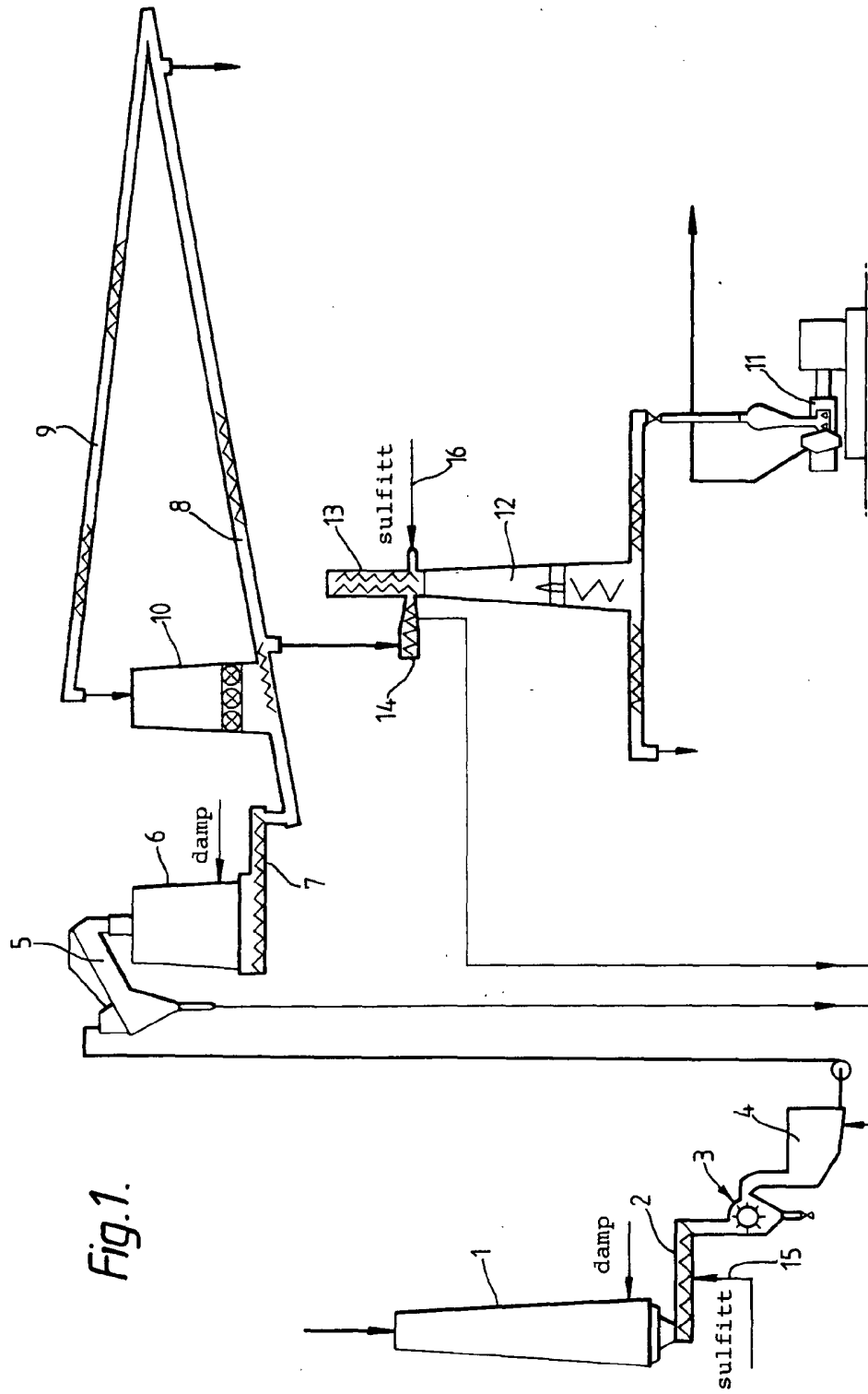
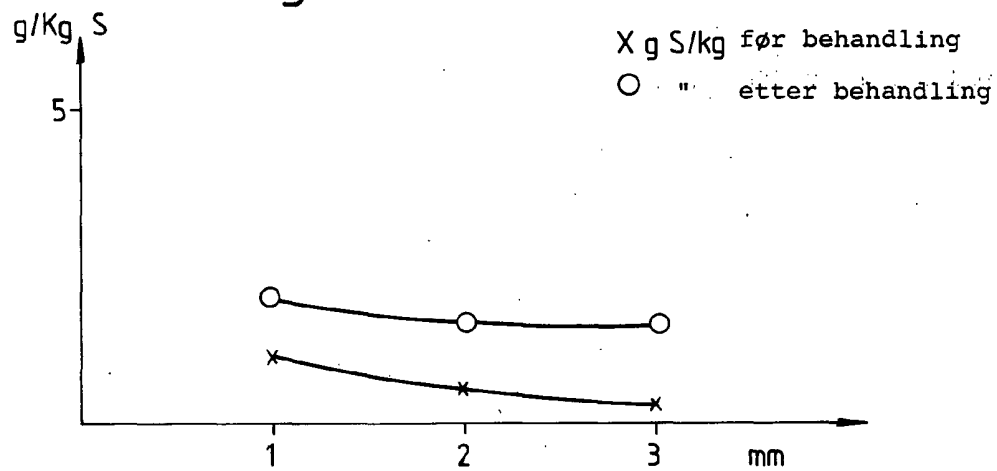


Fig.1.

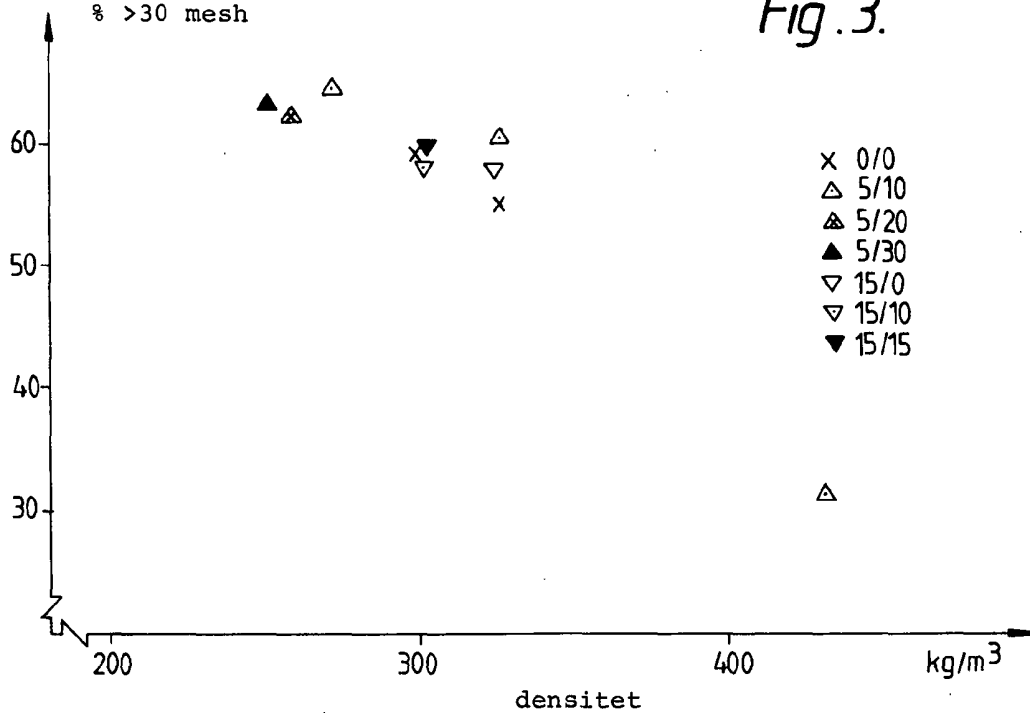
157828

Fig. 2.



langfiberfraksjon,
% >30 mesh

Fig. 3.



157828

Fig. 4.

STFI-silutskudd > 0,15 mm

