

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
12. Februar 2004 (12.02.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2004/013408 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **D21B 1/02**, 1/14

58099 Hagen (DE). **KESSLER, Hansjörg** [DE/DE];  
Friedrich-v.-d.Leyenstrasse 3, 40667 Meerbusch (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/008418

**MEYER, Manfred** [DE/DE]; Turmstrasse 75, 58099  
Hagen (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:

30. Juli 2003 (30.07.2003)

(81) Bestimmungsstaat (*national*): US.

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,  
BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR,  
HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

102 34 833.2 31. Juli 2002 (31.07.2002) DE

**Erklärung gemäß Regel 4.17:**

— *Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv) nur für US*

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US*): **STORA ENSO PUBLICATION PAPER GMBH &  
CO. KG** [DE/DE]; Moskauer Strasse 27, 40227 Düsseldorf  
(DE).

**Veröffentlicht:**

— *mit internationalem Recherchenbericht*  
— *vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden  
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen  
eintreffen*

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **BURKHART, Hu-  
bertus** [DE/DE]; Tücking Strasse 14, 58135 Hagen  
(DE). **PELECH, Bernd** [DE/DE]; Kreuzweg 12,

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.*

(54) Title: METHOD FOR DECOMPOSING WASTE WOOD CHIPS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM AUFSCHLUSS VON HACKSCHNITZELN AUS ALTHOLZ

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing fibrous materials for the manufacture of paper, cardboard and card-board packaging from waste wood chips. To achieve this, the wood chips are impregnated with an alkaline peroxide solution, the excess solution is drained off and after a reaction time the chips are shredded at high temperature in a refiner.

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren zur Herstellung von Faserstoffen für die Papier-, Pappe- und Kartonerzeugung aus Hack-schnitzeln aus Altholz wird angegeben. Dabei werden die Hackschnitzel mit einer alkalischen Peroxidlösung imprägniert, die über-schüssige Lösung abgezogen und nach einer Reaktionszeit bei erhöhter Temperatur in einem Refiner zerfasert.



WO 2004/013408 A1

## Verfahren zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus Altholz

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus Altholz, ausgenommen Sägewerkrestabfälle, zu Faserstoff für die Papier-, Pappe- und/oder Kartonherstellung.

Holz, insbesondere Nadelholz, ist einer der wesentlichen Rohstoffe für die Papierherstellung. Neben dem chemischen Aufschluss zur Zellstoffherstellung ist der mechanische Aufschluss zu Holzschliff oder Refinerschliff Stand der Technik. Verfahren zum Herstellen von Refinerschliff untergliedern sich in das thermomechanische Verfahren, TMP genannt, und bei Zusatz von Aufschlusschemikalien in das chemothermomechanische Verfahren, CTMP genannt. Bei dem CTMP-Verfahren werden die Hackschnitzel vor der Behandlung im Refiner mit Natriumsulfitlösung imprägniert, um den Aufschluss und die Weiße des Refinerschliffes zu verbessern. TMP- und CTMP-Verfahren werden ausführlich in der TAPPI-Monographie Pulp and Paper Manufacture, Volume 2, Mechanical Pulping, TAPPI, Atlanta, 1987, beschrieben.

Neben dem Natriumsulfitlösung nutzenden CTMP-Verfahren ist in neuerer Zeit das sogenannte APMP-Verfahren bekannt geworden,

- 2 -

mit dem Hackschnitzel aus Nadel- und Laubhölzern, wie z.B. Fichte, Kiefer, Pappel, Aspe und Erle, und Hackschnitzelmischungen aus diesen Holzarten mittels Alkali und Peroxid zu einem Faserstoff aufgeschlossen werden können, der bezüglich mechanischer und optischer Eigenschaften Vorteile aufweist.

So beschreibt die DE-26 01 380 C2 ein Refiner-Verfahren, bei dem in einer ersten Stufe bei hohem pH-Wert unter Einsatz von 10 – 30 % des erforderlichen Peroxids das Holz erweicht und unter Vermeidung der Dunkelfärbung in einer zweiten Refinerstufe bei abgesenktem pH-Wert unter Zusatz des Restperoxids die Zerfaserung und eigentliche Bleiche durchgeführt wird. Dabei wird das nicht verbrauchte Peroxid in die erste Stufe zurückgeführt.

Die EP-0 194 981 B1 beschreibt ebenfalls ein APMP-Verfahren, bei dem Hackschnitzel mit Dampf vorbehandelt, anschließend mit Alkali und Peroxid imprägniert, getrocknet, vorerhitzt und dann in einem Refiner gemahlen werden. Eine Bleiche des Faserstoffes schließt sich daran an. Eine Verfärbung des Faserstoffes tritt bei diesem Verfahren nicht auf. Das Peroxid übt eine erweichende Wirkung auf die Hackschnitzel aus und führt zu einem Endprodukt mit hoher Weiße bei erheblich weniger Energieaufwand.

Holz als Hauptfaserstoffquelle der Zellstoff- und Papierindustrie steht nicht überall ausreichend zur Verfügung. Zellstoff- und Papierindustrie stehen bezüglich der Holzversorgung in Konkurrenz zu den weiteren Großverbrauchern Bau-, Konstruktionsholz-, Spanplatten- und Möbelindustrie. Der Holzverbrauch in den Schwellen- und Entwicklungsländern wird hauptsächlich durch deren Brennholzbedarf bedingt. Auch die inzwischen aufgekommenen Bio-Kraftwerke, die Hackschnitzel als Feuerungsmaterial benutzen, sind ein bedeutender Holzverbraucher. Die in den westlichen

- 3 -

Industrieländern eingeführte nachhaltige Waldbewirtschaftung verbietet früher übliche Kahlschläge und erlaubt nur die Einschläge in Höhe des jährlichen Waldzuwachses.

In konsequenter Verfolgung des Recyclinggedankens wurde daher bereits vorgeschlagen, sogenanntes Altholz, also Holz, das bereits einen ersten Verwendungszweck erfüllt hat, als Faserstoffquelle für die Papier-, Pappe- und/oder Kartonerzeugung heranzuziehen.

So berichtet die Literaturstelle TAPPI Pulping Conference San Diego, 6. – 10. Nov. 1994, Band 1, Seite 395, ISBN 0-89852-913-1 über alternative Rohstoffe zur Herstellung von Wellenstoffpapier für die Wellpappenerzeugung. Dabei wurden Hackschnitzel aus Altpaletten, Abrissholz und Baumstümpfen mit Hilfe des Neutralsemisulfit-Verfahrens (NSSC) zu einem Halbzellstoff für die Erzeugung von Wellenstoffpapieren verarbeitet.

Nachteilig bei diesem Verfahren ist, dass bei Anwendung des NSSC-Verfahrens ein sehr dunkler Stoff entsteht, der für die Herstellung insbesondere graphischer und Feinpapiere nicht geeignet ist. Ein weiterer Nachteil besteht darin, dass das NSSC-Verfahren für den Aufschluss von Kiefernholz, wie es in Paletten, Möbeln und Abrissholz vorkommt, nicht geeignet ist. Der Grund dafür liegt in der dem Fachmann bekannten Ligninkondensation, die für Kiefernholz bei Sulfitaufschluss typisch ist und zu einem stark verfärbten und viele Splitter enthaltendem Faserstoff führt.

Ein weiteres Problem bei Abrissholz besteht darin, dass dieses oftmals mit Lasuren oder Imprägniermitteln behandelt ist, die nur mit alkalischen Lösungen wieder entfernt werden können.

- 4 -

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, die oben aufgezeigten Probleme durch ein Verfahren zu lösen, das diese Probleme umgeht.

Die Lösung des Problems wird durch den kennzeichnenden Teil des Anspruches 1 gegeben. Weitere vorteilhafte Ausführungen sind in den Unteransprüchen 2 - 9 angegeben.

Zur Definition des Begriffes Altholz wird auf die vom Bundeskabinett der Bundesregierung Deutschland am 06. Februar 2002 beschlossene Verordnung über die Entsorgung von Altholz zurückgegriffen. Dem gemäß werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Hackschnitzel aus Altholz der Kategorie A I und A II eingesetzt. Die Kategorie A I betrifft dabei naturbelassenes oder lediglich mechanisch bearbeitetes Altholz, das bei seiner Verwendung nicht mehr als unerheblich mit holzfremden Stoffen verunreinigt wurde.

Gemäß Anhang IV der Altholzverordnung zählen zur Kategorie A I unter anderem:  
Paletten aus Vollholz, Transportkisten und Verschläge aus Vollholz, Obst-, Gemüse und Zierpflanzenkisten aus Vollholz, Kabeltrommeln und Möbel aus naturbelassenem Vollholz.

Zu der Altholzkategorie A II zählen unter anderem:  
Paletten aus Holzwerkstoffen, Verschnitt, Abschnitte, Späne von Holzwerkstoffen, Transportkisten aus Holzwerkstoffen, Baustellensortimente, wie Schalhälzer, Altholz aus Abbruch, wie Dielen, Türblätter und Zargen von Innentüren, Bretterschalungen aus dem Innenausbau, Deckenpaneele, Zierbalken und Bauspanplatten.

- 5 -

Sägewerksrestabfälle, wie sie beim Einschnitt von frischem oder abgelagerten Waldholz anfallen, sind bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ausdrücklich ausgenommen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus Altholz zu Faserstoff für die Papier-, Papp- und/oder Kartonherstellung besteht aus den folgenden Verfahrensschritten:

- der Feuchtegehalt des zu Hackschnitzeln zerkleinerten Altholzes wird durch eine Wäsche und Vordämpfung bei einer Temperatur von 50 – 100 °C auf einen Wert zwischen 30 % und 60 % eingestellt,
- die gedämpften, feuchten Hackschnitzel werden mittels einer Imprägniervorrichtung mit einer alkalischen Peroxidlösung ein- oder mehrmals behandelt,
- die überschüssige, alkalische Peroxidlösung wird abgezogen,
- die imprägnierten Hackschnitzel werden zwischen den Mahlscheiben eines Refiners in ein oder mehreren Stufen zerfasert und gleichzeitig gebleicht, wobei der Mahlpalt zwischen den Mahlscheiben derart eingestellt wird, dass die spezifische Mahlarbeit 800 - 2600 kWh/t Faserstoff beträgt und der Faserstoff einen Mahlgrad von 30 – 85 °SR aufweist.

Da das oben beschriebene Altholzsortiment naturgemäß im Gegensatz zu Hackschnitzeln aus frischem oder teilgelagerten Waldholz eine unterschiedliche Feuchte aufweist, z.B. sind Althölzer aus Abbruch sehr trocken, ist als erster erfindungsgemäßer Verfahrensschritt eine Vergleichmäßigung des Feuchtegehaltes der Hackschnitzel erforderlich, damit in dem nachfolgenden Imprägniervorgang alle Hackschnitzel gleichmäßig mit der alkalischen Peroxidlösung durchtränkt werden. Die Hackschnitzel werden deshalb nach einer an sich bekannten Metallabscheidung einer dem Fachmann bekannten Wäschevorrichtung zugeführt, wo

- 6 -

sie Feuchte aufnehmen und eine erste Vergleichmäßigung des Feuchtegehaltes stattfindet. In dieser Wäschevorrichtung werden gleichzeitig die den Hackschnitzeln noch anhaftenden Verunreinigungen, wie Sand und Schmutz, entfernt. Daran folgt die Vordämpfung bei einer Temperatur von 50 - 100 °C in einem geschlossenen Behälter, wobei der Feuchtegehalt auf einen Wert zwischen 30 % und 60 % eingestellt wird. Das Einstellen dieses Feuchtegehaltes erfolgt einerseits durch Bemessung der zur Vordämpfung eingesetzten Dampfmenge, andererseits kann durch eine bekannte Schneckenpressenvorrichtung zu viel aufgenommene Feuchtigkeit entfernt werden. Zur Einstellung und Überwachung der Feuchtigkeit werden die in der Praxis der Zellstoffindustrie bewährten Hackschnitzelfeuchtigkeitsmessgeräte mit herangezogen.

Die gedämpften, feuchten Hackschnitzel werden daran anschließend in einer an sich bekannten Vorrichtung mit alkalischer Peroxidlösung ein- oder mehrmals imprägniert. Zur Imprägnierung können ebenfalls Schneckenpressen oder auch sogenannte Impressafiner herangezogen werden. Wird eine zweistufige Imprägnierung gewählt, dann sind zwei derartige Einrichtungen hintereinander angeordnet. In den Imprägniervorrichtungen werden die Hackschnitzel zunächst einer Kompression unterzogen, anschließend in die Imprägnierlösung untergetaucht und dort zwecks Aufnahme der Lösung entspannt.

Während dieses Entspannungsvorganges nehmen die Hackschnitzel begierig die alkalische Peroxidlösung auf. Die überschüssig anhaftende Lösung wird danach abgezogen, wobei dies in der Eingangsstufe der zweiten Imprägniervorrichtung durchgeführt werden kann.

- 7 -

Der Gehalt an Alkali und Peroxid der Imprägnierlösung kann der Fachmann dem Stand der Technik entnehmen. Es wird auf die in der Einleitung zitierte EP-0 194 981 B1 verwiesen.

Daran anschließend werden die Hackschnitzel der Mahlzone eines Refiners zugeführt und dort in einer oder mehreren Stufen zerfasert und gleichzeitig gebleicht. Wird das Verfahren mehrstufig durchgeführt, kann ein Refiner mit zwei Mahlpalten eingesetzt werden, die eine unterschiedliche Messergarnitur für Grob- und Feinmahlung aufweisen. Es können aber auch zwei Refiner hintereinander angeordnet werden, die über ein entsprechendes Zwischengefäß miteinander verbunden sind. Dem Fachmann auf diesem Gebiet sind derartige Schaltungen bekannt. Der oder die Mahlpalte zwischen den Refinerscheiben werden so gewählt, dass die spezifische Mahlarbeit 800 bis 2600 kwh/t Faserstoff beträgt, so dass der Faserstoff nach der Zerfaserung einen Mahlgrad von 30 - 85 °SR aufweist. Dazu können bekannte Online-Mahlgradprüfer eingesetzt werden, die über eine Regelvorrichtung Mahlpalt und Antriebsleistung des oder der Refiner ansteuern.

Gemäß einer vorteilhaften Ausführung der Erfindung werden die imprägnierten Hackschnitzel vor der Zerfaserung in dem Refiner einer zusätzlichen Erwärmung mit Dampf auf 70 – 90 °C unterzogen. Dazu werden sie einer sogenannten Heizschnecke oder einer mit Dampf beaufschlagbaren Vorrichtung zugeführt, die mit einer ,Ein- und Austragsschnecke versehen ist.

Enthält die Altholz hackschnitzelmischung große Anteile der Kategorie A II aus Abbruch, Rückbau oder Schalhälzer und behandelte Vollhälzer, dann enthält gemäß einer vorteilhaften Ausführung der Erfindung die Imprägnierlösung nur Natriumhydroxid als Alkaliquelle. Damit wird es ermöglicht, unter den angegebenen

Imprägnierbedingungen teilweise vorhandene Holzlasuren in Lösung zu bringen und bei dem folgenden Abpressvorgang nach der Imprägnierung bzw. in einem später erfolgenden Wasch- und Eindickungsvorgang abzutrennen.

Hackschnitzel, die überwiegend aus Altholz der Kategorie A I bestehen, wie zum Beispiel alte Paletten, können nach einer weiteren vorteilhaften Ausführung der Erfindung mit einer Imprägnierlösung behandelt werden, die hydratisiertes Magnesiumoxid ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ) als Alkaliquelle enthält. Der Vorteil des hydratisierten Magnesiumoxids liegt darin begründet, dass die wässrige Suspension, die auch noch das Peroxid und Wasserglas enthält, einen geringeren pH-Wert im Vergleich zu Natriumhydroxid aufweist. Damit wird bei dem Aufschluss- und Bleichprozess weniger Holzsubstanz gelöst und die organische Belastung der Abwässer des Verfahrens ist, gemessen als chemischer Sauerstoffbedarf CSB in  $\text{mgO}_2/\text{l}$  geringer.

Hackschnitzel aus Altholz können unterschiedlich mit Schwermetallen aus Eisen, Mangan, Kupfer und anderen belastet sein. Diese sind meistens über die Korrosion von Befestigungsmitteln, wie Nägel und Schrauben, in das Holz gelangt und beeinträchtigen den Aufschluss des Holzes mittels Alkali-Peroxid durch katalytische Peroxidzerersetzung. Es ist zwar dem Fachmann bekannt, diese Peroxidzerersetzung durch Zusatz von Wasserglas und Komplexbildner in der Imprägnierlösung zu unterdrücken, oft genügen diese Maßnahmen bei höheren Schwermetallgehalten jedoch nicht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführung der Erfindung wird daher die Vorwäsche der Hackschnitzel unter Zusatz von Komplexbildnern, wie EDTA oder DTPA, durchgeführt. Es ist bekannt, dass diese

- 9 -

Komplexbildner Schwermetalloxide auflösen und komplexieren können. Damit ist es möglich, einen erheblichen Teil der Schwermetalloxide bereits über die Vorwäsche aus dem Verfahren auszuschleusen.

Wie aus der klassischen Zellstofftechnologie bekannt, sind Imprägniervorgänge durch die Diffusionsgeschwindigkeit der Anionen und Kationen der Imprägnierlösung bestimmt. Weiter bestimmt das Konzentrationsgefälle Imprägnierlösung – Holzfeuchtigkeit die Imprägniergeschwindigkeit. Schließlich bestimmt die vorhandene Holzfeuchtigkeit und die Konzentration der Imprägnierlösung die maximal erreichbare Chemikalienkonzentration im Hackschnitzel. Diese beeinflusst aber die erreichbare Aufschlussgüte in Bezug auf Zerfaserung und Bleiche.

Eine weitere vorteilhafte Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht daher die Aufteilung der Imprägnierung in zwei Stufen vor, wobei die konzentrierte Imprägnierlösung zunächst der zweiten Stufe zugeführt wird, nach Imprägnierung der Hackschnitzel der Überschuß abgezogen und dann der ersten Stufe zur Vorimprägnierung der gewaschenen und gedämpften Altholz hackschnitzel zugeführt wird. Damit wird eine bessere Ausnutzung der Imprägnierchemikalien erreicht und eine zu hohe Verdünnung der Imprägnierlösung vermieden.

Die Zerfaserung der imprägnierten Altholz hackschnitzel erfolgt umso leichter, je weiter die kombinierte Aufschluss- und Bleichreaktion durch die Alkaliperoxidlösung mit dem Lignin der Mittellamelle und den holzbegleitenden, bleichbaren Substanzen fortgeschritten ist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführung werden daher die imprägnierten Hackschnitzel vor dem ersten Zerfasern in dem

- 10 -

Refiner in einem ersten Zwischenbehälter einer Bleichreaktion unterzogen.

Durch die Vorbehandlung in den Imprägnierpressen ist dabei die ursprüngliche Hackschnitzelform bereits aufgebrochen worden, so dass mehr Oberfläche zur Einwirkung der Chemikalien zur Verfügung steht. Dieses begünstigt die weitere Chemikaliendiffusion und gleichzeitig eine Hackschnitzelbleiche. Der Reaktionsablauf wird dabei durch Überwachung des pH-Wertes, der Temperatur und des Peroxidverbrauches am Austragende des Zwischenbehälters überwacht und gesteuert.

Eine weitere Verbesserung des Aufschlussverfahrens kann aber auch dadurch erreicht werden, dass die imprägnierten Altholz hackschnitzel nach dem Durchgang durch den ersten Refiner in einem Zwischenbehälter einer Nachbleichreaktion unterzogen werden und daran anschließend in einem zweiten Refiner weiter zerkleinert werden. Auch hier erfolgt die Überwachung der Bleichreaktion durch Messung des pH-Wertes, der Temperatur und Peroxidgehaltes am Auslauf des Zwischenbehälters. Um eine mögliche Alkalivergilbung durch Peroxidmangel zu vermeiden, ist es vorteilhaft, bei fehlendem Restperoxid dem vorzerfaserten Stoff erneut Peroxid zuzudosieren und dann in dem zweiten Refiner auf den gewünschten Endmahlgrad zu zerkleinern. Wenn jedoch Peroxid noch vorhanden ist, dafür aber der pH-Wert unter 8 abgesunken ist, kann durch zusätzliche Alkalidosierung die Bleichwirkung des restlichen Peroxids weiter ausgenutzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird an folgenden Beispielen weiter erläutert:

Beispiel 1

## Aufschluss von Hackschnitzeln aus alten Paletten

1,443 kg gewaschene Hackschnitzel mit einem Trockengehalt von 69,3 % wurden in einer Laborimprägniervorrichtung mit einer Imprägnierlösung behandelt, die

- 2,6 g/l Komplexbildner
- 8,1 g/l handelsübliches Wasserglas
- 4,8 g/l Natriumhydroxid und
- 12,9 g/l Wasserstoffperoxid

enthielt.

Nach der Imprägnierung wurde die überschüssige Lösung abgezogen. Die Hackschnitzel hatten danach einen Trockengehalt von 33,4 %. Die Chemikalienaufnahme wurde durch Rücktitration der abgezogenen Lösung bestimmt. Sie betrug

- 0,40 % Komplexbildner
- 1,25 % Wasserglas
- 0,75 % Natriumhydroxid und
- 2,00 % Wasserstoffperoxid

Daran anschließend wurden die Hackschnitzel zur Reaktion mit der Imprägnierlösung 30 Min. bei 70 °C gelagert. Darauf folgte eine zweite Imprägnierung mit einer Lösung, die

- 2,3 g/l Komplexbildner
- 14,5 g/l handelsübliches Wasserglas
- 8,7 g/l Natriumhydroxid und
- 23,2 g/l Wasserstoffperoxid

- 12 -

enthielt.

Nach dem Abziehen der zweiten Imprägnierlösung betrug die Chemikalienaufnahme

0,53 % Komplexbildner  
3,34 % Wasserglas  
2,00 % Natriumhydroxid und  
5,34 % Wasserstoffperoxid

Die Hackschnitzel wurden wiederum zur Reaktion mit der Imprägnierlösung 30 Min. bei 70 °C gelagert. Daran schloß sich die Zerfaserung der Hackschnitzel in einem Laborrefiner an. Zur Simulation eines zweistufigen, industriellen Verfahrens wurden die Hackschnitzel bzw. der vorzerfaserte Stoff insgesamt vier mal in den Refiner gegeben. Dabei wurde der Mahlpalt schrittweise von 1 mm über 0,9 – 0,7 auf 0,5 mm reduziert.

Nach dem 4. Durchgang wies der Faserstoff einen Mahlgrad von 85 °SR auf. Die am Nutschenblatt des Faserstoffes gemessene Weiße R 457 betrug 75,9 %. Die Reißlänge wurde am 80 g/m<sup>2</sup> Laborblatt zu 6.340 m bestimmt.

### Beispiel 2

Hackschnitzel aus Altholzkategorie A II

Diese Hackschnitzel wurden aus einer Altholzmischung, bestehend aus alten Möbeln, Bauschalhölzern und alten Paletten aus Holzwerkstoffen, hergestellt.

Die zweistufige Imprägnierung wurde mit den gleichen Imprägnierlösungen - wie in Beispiel 1 beschrieben - durchgeführt.

- 13 -

Die Reaktionszeit wurde wegen der anderen Hackschnitzelqualität jedoch jeweils von 30 auf 40 Min. erhöht. Die Temperatur wurde bei 70 °C gehalten.

Die Behandlung im Laborrefiner wurde – wie in Beispiel 1 beschrieben – durchgeführt.

An dem Fertigstoff wurden folgende Eigenschaften nach dem 4. Laborrefinerdurchgang gemessen:

Reißlänge	2.470 m
Weißer R 457	67,9 %
Mahlgrad	59 °SR

Diese Werte konnten mittels 5. Laborrefinerdurchgang noch verbessert werden auf:

Reißlänge	4.164 m
Weißer R 457	69,5 %
Mahlgrad	82 °SR

### Beispiel 3

Einsatz einer Imprägnierlösung, die hydratisiertes Magnesiumoxid (handelsübliche Slurry, 40 % Feststoffgehalt) und geringe Mengen Natriumhydroxid als Alkaliquelle zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus alten Paletten enthält.

Die Hackschnitzel mit einem Trockengehalt von 68,6 % wurden mit einer ersten Imprägnierlösung behandelt, die

2,35 g/l Komplexbildner,  
2,95 g/l handelsübliches Wasserglas,

- 14 -

8,83 g/l hydratisiertes Magnesiumoxid (hü.) und  
8,85 g/l Wasserstoffperoxid

enthielt.

Nach Tränkung und Abpressen hatten die Hackschnitzel

0,37 % Komplexbildner,  
0,47 % Wasserglas  
1,40 % hydratisiertes Magnesiumoxid (hü.) und  
1,41 % Wasserstoffperoxid

aufgenommen.

Daran anschließend wurden die Hackschnitzel zur Reaktion 25 Min.  
bei 40 °C gelagert.

Eine zweite Imprägnierung wurde mit der folgenden Lösung  
durchgeführt:

Komplexbildner	1,6 g/l
Hydratisiertes Magnesiumoxid (hü.)	12,2 g/l
Natriumhydroxid	0,6 g/l
Wasserstoffperoxid	16,3 g/l

Nach Tränkung und Abpressen hatten die Hackschnitzel

0,36 % Komplexbildner  
2,67 % hydratisiertes Magnesiumoxid (hü.)  
0,14 % Natriumhydroxid  
3,56 % Wasserstoffperoxid

- 15 -

aufgenommen.

Daran anschließend wurden die Hackschnitzel zur Reaktion 90 Min. bei 70 °C gelagert.

Die nachfolgende Zerfaserung im Laborrefiner erfolgte in 5 Stufen. Am fertigen Faserstoff wurden nachfolgende Eigenschaften gemessen:

Mahlgrad	59 °SR
Reißlänge	3.040 m
Weißer R 457	73,9

Aus den ermittelten Werten Mahlgrad, Reißlänge und Weißer der Beispiele 1 - 3 ist ersichtlich, dass der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus Altholz erhaltene Faserstoff insbesondere für den Einsatz bei der Herstellung graphischer Papiere, Pappen und Kartons geeignet ist.

### Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufschluss von Hackschnitzeln aus Altholz, ausgenommen Sägewerkrestabfälle, zu Faserstoff für die Papier-, Pappe- und/oder Kartonherstellung, gekennzeichnet durch die folgenden Verfahrensschritte:
  - der Feuchtegehalt des zu Hackschnitzeln zerkleinerten Altholz wird durch eine Wäsche und Vordämpfung bei einer Temperatur von 50 – 100 °C auf einen Wert zwischen 30 und 60 % eingestellt,
  - die gedämpften, feuchten Hackschnitzel werden mittels einer Imprägniervorrichtung mit einer alkalischen Peroxidlösung ein- oder mehrmals behandelt,
  - die überschüssige Imprägnierlösung wird abgezogen,
  - die erhitzten, imprägnierten Hackschnitzel werden zwischen den Mahlscheiben eines Refiners in einer oder mehreren Stufen

- 17 -

zerfasert und gleichzeitig gebleicht, wobei der oder die Mahlspalte zwischen den Refinerscheiben so gewählt werden, dass die spezifische Mahlarbeit 800 bis 2600 kwh/t Faserstoff beträgt, so dass der Faserstoff nach der Zerfaserung einen Mahlgrad von 30 – 85 °SR aufweist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die imprägnierten Hackschnitzel vor der Zerfaserung in dem Refiner einer zusätzlichen Erwärmung mit Dampf auf 70 – 90 °C unterzogen werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Imprägnierlösung Natriumhydroxid als Alkaliquelle enthält.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Imprägnierlösung hydratisiertes Magnesiumoxid enthält.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Imprägnierlösung eine Mischung aus Natriumhydroxid und hydratisiertem Magnesiumoxid enthält.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorwäsche der Hackschnitzel unter Zusatz von Komplexbildnern zu dem Waschwasser durchgeführt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die in der zweiten Imprägnierstufe abgezogene alkalische Imprägnierlösung zur ersten Imprägnierstufe zurückgeführt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die imprägnierten Hackschnitzel vor dem ersten Zerfasern in dem

- 18 -

Refiner in einem oder mehreren Behälter einer Bleichreaktion unterzogen werden.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die imprägnierten, vorzerfaserten Hackschnitzel nach dem Durchgang durch den ersten Refiner in einem Zwischenbehälter einer Nachbleichreaktion unterzogen werden und daran anschließend in einem zweiten Refiner weiter zerfasert werden.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/08418

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

IPC 7 D21B1/02 D21B1/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 D21B D21D D21C D21F B02C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 194 981 A (SIMONSON RUNE ; EKA AB (SE); BENGSSON GOERAN (SE)) 17 September 1986 (1986-09-17) cited in the application the whole document	1-3,6,8, 9
Y	US 5 007 985 A (ENGSTRAND PER O ET AL) 16 April 1991 (1991-04-16) the whole document	1-3,6
Y	CORT C J ET AL: "ALKALINE PEROXIDE MECHANICAL PULPING OF HARDWOODS" 1 June 1991 (1991-06-01), TAPPI JOURNAL, TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP & PAPER INDUSTRY. ATLANTA, US, PAGE(S) 79 , XPO00220179 ISSN: 0734-1415 page 79 - page 81	8,9
-/--		

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 November 2003

Date of mailing of the international search report

04/12/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Gast, D

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 03/08418

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category <sup>o</sup>	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 607 546 A (HOEGLUND HANS ET AL) 4 March 1997 (1997-03-04) the whole document -----	1-3

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/08418

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0194981	A	17-09-1986	AT 53081 T	15-06-1990
			AU 595185 B2	29-03-1990
			AU 5469086 A	18-09-1986
			BR 8601078 A	25-11-1986
			CA 1272563 A1	14-08-1990
			DE 3671488 D1	28-06-1990
			EP 0194981 A2	17-09-1986
			ES 8708031 A1	16-11-1987
			FI 860986 A ,B,	14-09-1986
			JP 61275490 A	05-12-1986
			NO 860942 A ,B,	15-09-1986
			NZ 215473 A	28-06-1989
			PT 82192 A ,B	01-04-1986
			SE 8501246 A	14-09-1986
			US 4756799 A	12-07-1988
			US 5007985	A
AU 7304987 A	09-11-1987			
CA 1281856 C	26-03-1991			
DE 302075 T1	11-05-1989			
EP 0302075 A1	08-02-1989			
FI 884780 A ,B,	17-10-1988			
NO 875281 A ,B,	17-12-1987			
SE 8601779 A	19-10-1987			
WO 8706280 A1	22-10-1987			
US 5607546	A	04-03-1997		
			US 6458245 B1	01-10-2002
			AT 122420 T	15-05-1995
			AU 647780 B2	31-03-1994
			AU 7327191 A	03-09-1991
			BR 9106034 A	02-02-1993
			CA 2073763 A1	14-08-1991
			DE 69109696 D1	14-06-1995
			DE 69109696 T2	14-09-1995
			DK 572388 T3	28-08-1995
			EP 0572388 A1	08-12-1993
			ES 2072603 T3	16-07-1995
			FI 923605 A ,B,	12-08-1992
			JP 2915576 B2	05-07-1999
			JP 5503966 T	24-06-1993
			NO 923151 A	12-08-1992
			NZ 237067 A	25-11-1993
			SE 9000515 A	14-08-1991
			WO 9112367 A1	22-08-1991

# INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/08418

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> IPK 7 D21B1/02 D21B1/14		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK		
<b>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</b>		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 D21B D21D D21C D21F B02C		
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	EP 0 194 981 A (SIMONSON RUNE ; EKA AB (SE); BENGTSSON GOERAN (SE)) 17. September 1986 (1986-09-17) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-3,6,8,9
Y	US 5 007 985 A (ENGSTRAND PER O ET AL) 16. April 1991 (1991-04-16) das ganze Dokument	1-3,6
Y	CORT C J ET AL: "ALKALINE PEROXIDE MECHANICAL PULPING OF HARDWOODS" 1. Juni 1991 (1991-06-01), TAPPI JOURNAL, TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP & PAPER INDUSTRY. ATLANTA, US, PAGE(S) 79 , XP000220179 ISSN: 0734-1415 Seite 79 - Seite 81	8,9
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen		
<input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 27. November 2003		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 04/12/2003
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo.nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Gast, D

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/08418

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie <sup>9</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 607 546 A (HOEGLUND HANS ET AL) 4. März 1997 (1997-03-04) das ganze Dokument -----	1-3

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/08418

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0194981	A	17-09-1986	AT 53081 T	15-06-1990
			AU 595185 B2	29-03-1990
			AU 5469086 A	18-09-1986
			BR 8601078 A	25-11-1986
			CA 1272563 A1	14-08-1990
			DE 3671488 D1	28-06-1990
			EP 0194981 A2	17-09-1986
			ES 8708031 A1	16-11-1987
			FI 860986 A ,B,	14-09-1986
			JP 61275490 A	05-12-1986
			NO 860942 A ,B,	15-09-1986
			NZ 215473 A	28-06-1989
			PT 82192 A ,B	01-04-1986
			SE 8501246 A	14-09-1986
			US 4756799 A	12-07-1988
US 5007985	A	16-04-1991	SE 456826 B	07-11-1988
			AU 7304987 A	09-11-1987
			CA 1281856 C	26-03-1991
			DE 302075 T1	11-05-1989
			EP 0302075 A1	08-02-1989
			FI 884780 A ,B,	17-10-1988
			NO 875281 A ,B,	17-12-1987
			SE 8601779 A	19-10-1987
			WO 8706280 A1	22-10-1987
US 5607546	A	04-03-1997	SE 466060 B	09-12-1991
			US 6458245 B1	01-10-2002
			AT 122420 T	15-05-1995
			AU 647780 B2	31-03-1994
			AU 7327191 A	03-09-1991
			BR 9106034 A	02-02-1993
			CA 2073763 A1	14-08-1991
			DE 69109696 D1	14-06-1995
			DE 69109696 T2	14-09-1995
			DK 572388 T3	28-08-1995
			EP 0572388 A1	08-12-1993
			ES 2072603 T3	16-07-1995
			FI 923605 A ,B,	12-08-1992
			JP 2915576 B2	05-07-1999
			JP 5503966 T	24-06-1993
			NO 923151 A	12-08-1992
			NZ 237067 A	25-11-1993
			SE 9000515 A	14-08-1991
WO 9112367 A1	22-08-1991			