

Изобретение относится к обработкам древесины текучей средой-носителем, находящейся под высоким давлением, в частности при сверхкритических условиях. Более точно, изобретение относится к мерам и процедурам, которые следует принять и выполнить для избежания повреждения древесины во время обработки сверхкритической текучей средой, предпочтительно диоксидом углерода.

Предпосылки создания изобретения

Текущие среды-носители, находящиеся под высоким давлением, такие как находящиеся в сверхкритическом состоянии, все более широко используются в процессах обработки древесины для целей пропитывания или экстрагирования. Текущие среды, находящиеся под высоким давлением, обладают свойствами, частично аналогичными свойствам как газов, так и жидкостей. Таким образом, способности сверхкритических текучих сред к проникновению аналогичны газам, в то время как их способность к растворению аналогична жидкостям.

Диоксид углерода - это соединение, которое представляет очень значительный интерес с точки зрения использования его в качестве сверхкритической среды для обработки древесины вследствие подходящей критической точки (31°C, 73 бар), низкой химической активности и низкой токсичности. Кроме того, диоксид углерода доступен в больших количествах при сравнительно низкой стоимости.

В статье Morrell и Levien "Development of New Treatment Processes for Wood Protection", представляющей собой доклад на конференции "Conference on Wood Preservation in the '90s and Beyond", Саванна, Джорджия, США, 26-28 сентября 1994 г., рассматривается пропитка древесных пород, обычно обладающих сопротивляемостью пропитыванию, путем использования сверхкритического диоксида углерода для подачи и осаждения биоцида в указанной древесине. В статье описаны эксперименты, в которых образцы древесины с размерами 100 мм или менее использовались для пропитки.

В патенте США 536 475 описан способ удаления химических консервантов путем экстрагирования за счет использования сверхкритического диоксида углерода в качестве экстрагирующей среды и образцов древесины с размером 10x50 мм.

В документе WO 00/27601 раскрыта пропитка древесины путем использования сверхкритического диоксида углерода, при которой давление снимают после обработки пульсирующим образом для избежания или уменьшения выделения смолы на поверхность дерева.

В литературе имеются сообщения об изменении механических свойств образцов древесины, обработанных при сверхкритических условиях.

В работе Anderson и др., 2000, Forest Products Journal, 50:85-93, описано, что сверхкритическая обработка влияет на механические свойства. Красный кедр продемонстрировал уменьшение предела прочности до 23,1% и снижение модуля упругости до 13,7%. Кроме того, описано, что некоторые образцы продемонстрировали бросающиеся в глаза дефекты обработки и рассыпались на сотни тонких палочек. Кроме того, было описано, что существует зависимость между размером образца и повреждениями древесины, при этом образцы большего размера повреждаются в большей степени по сравнению с образцами меньшего размера. Утверждается, что замеченные повреждения были вызваны градиентами давления внутри древесины.

Краткое описание изобретения

Цель настоящего изобретения состоит в создании способа обработки древесины, подверженной повреждению, при высоком давлении, таком как при сверхкритических условиях, при котором избегают повреждений или уменьшают повреждения. В особо предпочтительном варианте осуществления обрабатываемый лесоматериал имеет длину, превышающую критическую длину.

В одном предпочтительном варианте осуществления предметом изобретения является способ, включающий в себя следующие операции:

- а) в резервуар загружают древесину, подлежащую обработке;
- б) в резервуаре повышают давление путем использования текучей среды-носителя до тех пор, пока не будет достигнуто давление обработки;
- в) обеспечивают период выдержки, в котором давление является по существу постоянным или давление изменяется с малой скоростью;
- г) сбрасывают давление в резервуаре до температуры окружающей среды, после чего извлекают обработанную древесину.

Авторы настоящего изобретения осознали, что при увеличении длины образцов древесины имеется определенная длина, при которой число случаев повреждения древесины резко возрастает. Эта длина определена в данном описании как критическая длина.

Данная цель достигается с помощью способа обработки при высоком давлении, при котором текучей среде не дают возможности переходить в жидкую фазу ни в каком месте и ни в какой момент времени во время процесса.

В одном предпочтительном варианте осуществления процесс выполняют таким образом, что температура древесины, подлежащей обработке, не превышает температуры пластификации древесины во время повышения давления в резервуаре, в котором должна происходить обработка.

В другом предпочтительном варианте осуществления процесс выполняют таким образом, что температура древесины, подлежащей обработке, не превышает температуры пластификации древесины во время повышения давления и сброса давления в резервуаре для обработки.

Изобретение основано на осознании того факта, что текучие среды, пригодные для обработок при высоких давлениях, в частности обработок при сверхкритических условиях, в жидком виде имеют значительно меньшую способность к проникновению, чем в газообразном или сверхкритическом состоянии, и, следовательно, указанная текучая среда в жидком виде может быть захвачена внутри древесины и может вызвать образование чрезмерных градиентов давления, которые могут привести к повреждениям древесины.

В альтернативном варианте конденсированная жидкость может подвергаться существенному изменению объема, если температура будет впоследствии возрастать во время цикла изменения давления. Последнее также может вызвать существенные градиенты давления и привести к повреждению.

Кроме того, стало ясным, что в том случае, когда температура древесины превышает температуру пластификации, древесина становится подверженной повреждению даже при небольших градиентах давления.

Таким образом, одна цель изобретения заключается в создании способа обработки древесины путем использования среды-носителя под высоким давлением, в частности находящейся в сверхкритических условиях, при избежании повреждения древесины, подвергающейся обработке.

В одном варианте осуществления изобретение относится к способу обработки древесины, подверженной повреждению, включающему в себя следующие операции:

- a) в резервуар загружают древесину, подлежащую обработке;
- b) в резервуаре повышают давление с помощью текучей среды, возможно содержащей растворенное активное соединение, до тех пор, пока не будет достигнуто давление обработки;
- c) обеспечивают период выдержки, в котором давление является по существу постоянным;
- d) сбрасывают давление в резервуаре до давления окружающей среды, при этом температуру регулируют таким образом, что текучей среде не дают возможности существовать в жидком виде в древесине.

Диоксид углерода представляет собой предпочтительную среду, подлежащую использованию в качестве среды-носителя согласно изобретению.

Другая цель изобретения состоит в создании способа определения подходящего режима повышения давления и сброса давления для обработки древесины.

Дополнительные цели изобретения заключаются в создании способов сброса давления в камере обработки, предназначенной для обработки древесины сверхкритическим диоксидом углерода, для избежания повреждения древесины.

Поскольку изобретение имеет отношение к повышению давления и сбросу давления в резервуаре, содержащем древесину, оно применимо к любому процессу, в котором древесину обрабатывают в резервуаре путем использования текучей среды под высоким давлением, при этом изобретение относится, в частности, к процессам пропитки, окрашивания, сушки и экстрагирования.

В некоторых вариантах осуществления повышение температуры выше температуры пластификации может обеспечить большее осаждение и/или лучшую адгезию активного соединения в древесине. Такие варианты осуществления также рассматриваются как представляющие собой часть изобретения.

Важно то, что повышение температуры выше температуры пластификации выполняется тогда, когда в древесине отсутствуют какие-либо большие градиенты давления, как, например, в течение периода выдержки в способе обработки.

Краткое описание чертежей

Фиг. 1 показывает график зависимости температуры от энтропии (TS-график) для диоксида углерода, на котором граница между сверхкритическим состоянием и жидким состоянием показана выделенной линией.

Фиг. 2 показывает TS-график для диоксида углерода с указанием трех различных путей А, В и С, соответственно, для сброса давления.

Фиг. 3 показывает TS-график для диоксида углерода с предпочтительным режимом сброса давления.

Фиг. 4 показывает фотографию образцов древесины после обработки при сверхкритических условиях, при которой давление в резервуаре для обработки было сброшено без использования мер предосторожности согласно изобретению. Длина образцов составляет - слева направо - 1,2, 1,0, 0,75, 0,5 и 0,25 м.

Подробное описание изобретения

Обработка древесины путем использования среды-носителя под высоким давлением в последние годы была предметом широких исследований для использования преимуществ, обеспечиваемых среда-носителями под высоким давлением. Были исследованы, в частности, среды-носители, в сверхкритических условиях обладающие способностью к проникновению, аналогичную соответствующей способности газа, и такой же растворимостью, как у жидкости.

Процедуру обработки обычно делят, по меньшей мере, на три различные функциональные стадии или периоды, а именно стадию повышения давления, на которой давление в резервуаре для обработки повышается от давления окружающей среды до давления обработки; период выдержки, в котором давление является относительно постоянным и в котором происходит осаждение соединений, подлежащих осаждению в древесине; и, в завершение, стадию сброса давления, на которой давление снова уменьшают до давления окружающей среды.

Даже несмотря на то, что давление в течение периода выдержки необязательно будет постоянным, изменения давления и, следовательно, градиенты давления в резервуаре и внутри древесины будут сравнительно небольшими по сравнению с ситуациями во время повышения давления и сброса давления.

Даже несмотря на то, что описано, что осаждение происходит во время периода выдержки, следует понимать то, что некоторое осаждение также может происходить во время стадий повышения давления и сброса давления.

В настоящей заявке термин "носитель" или "среда-носитель" предназначен для обозначения текущей среды в виде газа или в сверхкритическом состоянии, используемой для определенной обработки. В зависимости от конкретного использования носитель будет служить в качестве растворителя для активного соединения, подлежащего введению в древесину в случае процесса пропитки, или в качестве растворителя для соединений, подлежащих вымыванию из древесины в случае процесса экстрагирования.

Носитель может содержать дополнительные компоненты в зависимости от конкретной процедуры обработки, подлежащей выполнению, такие как активные компоненты, подлежащие осаждению в древесину, сорастворители для облегчения растворения активных компонентов или для облегчения экстрагирования определенных компонентов из древесины. Специалист может предложить дополнительные компоненты, которые могут содержаться в носителе.

В соответствии с настоящим изобретением обработка путем использования среды-носителя происходит при высоком давлении. Носители, находящиеся под высоким давлением или в сверхкритических условиях, в литературе также называют иногда плотными газами.

Даже несмотря на то, что в настоящем описании главным образом приводится разъяснение в отношении носителей при сверхкритических условиях, специалисту понятно, что условия, ведущие к повреждениям в обработанной древесине, аналогичным образом применимы к носителям, находящимся под высоким давлением, но в условиях ниже сверхкритических, и поэтому настоящая заявка относится к способам обработки, в которых используются среды-носители под высоким давлением независимо от того, находится ли носитель в сверхкритическом состоянии или нет.

Процесс, происходящий при высоком давлении, в соответствии с изобретением предназначен для обозначения того, что давление в установке для обработки по меньшей мере в одном периоде во время процесса обработки существенно превышает давление окружающей среды. В частности, давление по меньшей мере на 20 бар превышает давление окружающей среды, предпочтительно по меньшей мере на 40 бар превышает давление окружающей среды, более предпочтительно более чем на 60 бар превышает давление окружающей среды и в особо предпочтительном варианте осуществления более чем на 80 бар превышает давление окружающей среды.

В предпочтительном варианте осуществления обработка происходит при давлении в диапазоне 85-300 бар, предпочтительно 100-200 бар, более предпочтительно в диапазоне 120-170 бар и наиболее предпочтительно в диапазоне 140-160 бар.

Термин "проникновение" в соответствии с изобретением предназначен для обозначения способности текучей среды-носителя проникать в обрабатываемую древесину. Таким образом, текучая среда, которая проникает в "ячейку" в древесине, расположенную на большом расстоянии от поверхности, имеет лучшую способность к проникновению по сравнению с текучей средой, которая при таких же условиях проникает только в "ячейки" в древесине, расположенные ближе к поверхности.

Текучая среда в газообразном или сверхкритическом состоянии обладает значительно лучшими способностями к проникновению по сравнению с той же текучей средой в жидком состоянии.

Термин "проницаемость" согласно изобретению предназначен для обозначения способности древесины, характеризующей сопротивляемость проникновению текучей среды в указанную древесину. Таким образом, породы древесины, имеющие высокую проницаемость, оказывают более низкое сопротивление проникновению текучей среды по сравнению с породами древесины, имеющими низкую проницаемость.

Среда-носитель, подлежащая использованию согласно изобретению, в принципе может представлять собой любой пригодный носитель, имеющий заданную растворяющую способность для предполагаемого использования. Предпочтительно использовать среду, имеющую критическую точку при низкой температуре и низком давлении для избежания высокой температуры или высокого давления. Таким образом, предпочтительна среда, имеющая критическую точку при температуре 20-50°C и давлении 5-100 бар.

Пригодные носители известны в данной области техники. Выбор подходящего носителя для предполагаемого использования находится в пределах компетентности среднего специалиста-практика.

Примеры пригодных носителей согласно изобретению известны специалисту в данной области техники. Диоксид углерода представляет собой предпочтительный носитель.

Настоящее изобретение предписывает меры для избежания повреждения древесины во время обработки при высоком давлении. Таким образом, специалисту будет понятно, что изобретение может быть использовано для любой обработки древесины при высоком давлении.

Обработка может представлять собой процесс пропитки, в котором одно или несколько активных соединений осаждаются в древесине. Эти активные соединения могут представлять собой биоциды, фунгициды, инсектициды, красители, антипирены, соединения, повышающие прочность, и т.д.

Обработка может представлять собой процесс экстрагирования, при котором из древесины экстрагируются определенные соединения, такие как смола, терпены и т.д., или это могут быть токсичные соединения, которые должны быть удалены из древесины перед избавлением от древесины.

В области работы со средами при высоких давлениях известно, что при повышении давления газа температура будет увеличиваться и при снижении давления температура будет уменьшаться. Эти свойства хорошо известны из физических учений, описывающих поведение газов (такое как эффект Джоуля-Томсона).

Следовательно, специалисту в данной области техники понятно то, что среда-носитель, используемая в условиях высокого давления, может во время обработки переходить в жидкое состояние из-за падения температуры, вызванного падением давления.

Если понижение температуры внутри древесины создаст возможность существования носителя в жидком виде, произойдут резкие изменения. Жидкий носитель, обладающий существенно меньшей способностью проникать в древесину, будет захвачен внутри древесины, и по мере отвода носителя из резервуара образуется все более возрастающий градиент давления от внутренней части древесины, где захвачена жидкость, к наружной стороне древесины, от которой отводится носитель. Этот градиент давления может в конце концов привести к разрушению и повреждению древесины, если древесина представляет собой древесину той породы, которая подвержена повреждению.

Напротив, если носитель удерживается в газообразном или сверхкритическом состоянии, проникновение носителя в древесину будет настолько сильным, что он может выходить без повреждения древесины или вызывая повреждение древесины только в значительно меньшей степени.

Поскольку древесина представляет собой природный материал, она не является очень однородной, и, как известно, она будет различаться для разных деревьев и происхождения вследствие различных погодных условий, характеристик почвы, генетической среды и т.д. Кроме того, поскольку рост деревьев представляет собой многолетний процесс, свойства одного образца древесины могут варьироваться вследствие изменяющейся погоды.

Следовательно, древесина по своей природе является неоднородной, и можно найти образец древесины, который выдержит обработку, которая приведет к повреждению другого образца, даже несмотря на то, что два образца могут "происходить" из одной и той же породы.

Хорошо известны структура и строение древесины с длинными волокнами в аксиальном направлении, расположенными с характерным рисунком с годовыми кольцами. Эта структура приводит к очень различающейся проницаемости в аксиальном и радиальном направлениях, при этом проницаемость в аксиальном направлении существенно больше, чем в радиальном направлении. Предполагается, что проницаемость в аксиальном направлении в 10-20 раз или более превышает проницаемость в радиальном направлении. Тем не менее, предусмотрено, что изобретение не ограничено какой-либо определенной теорией.

Полагают, что при повышении давления и сбросе давления текучая среда-носитель проникает в древесину и проходит в аксиальном и/или радиальном направлениях через древесину и что стенки клеток древесины создают наблюдаемое сопротивление потоку. Таким образом, во время повышения давления и сброса давления образуются градиенты от клетки к клетке по всей древесине.

Специалист в данной области техники может понять значение того, что вследствие доминирующего потока в аксиальном направлении в длинных образцах будут создаваться большие градиенты давления между центральной частью древесины и наружной стороной по сравнению с более короткими образцами.

Это приводит к ожиданию того, что большие куски древесины должны быть более подверженными повреждениям во время обработки с использованием носителей под высоким давлением. Действительно, связь между длиной образцов и подверженностью повреждениям можно получить путем наблюдений при выполнении экспериментов.

Можно определить критическую длину для образцов из подверженных повреждениям пород древесины, которая определяет длину, при которой имеет место подверженность повреждениям. Для обработки образцов с длиной, превышающей указанную критическую длину, необходимо принять определенные меры для избежания повреждения древесины, в то время как никакие подобные меры не требуются для образцов с длиной, которая меньше указанной длины. Вследствие варьирования древесины в пределах одной партии такие пределы могут быть широкими. Для применения согласно изобретению критическая длина определена как длина, при которой подверженность повреждениям в партии находится на приемлемом уровне, например, повреждения наблюдаются с частотой менее 5%, предпочтительно менее 2%, при этом под частотой понимают частоту досок, имеющих одно или несколько повреждений.

Критическая длина будет варьироваться между разными породами древесины и может даже варьироваться в пределах одной породы в зависимости от места выращивания и условий, определяемых, например, шириной, на которой выросло определенное дерево. Критическая длина для заданной партии древесины может быть определена путем пропитывания образцов, имеющих разную длину, при сверхкритических условиях, при быстром и непрерываемом отводе сверхкритической текучей среды после пропитывания с последующим визуальным осмотром образцов для определения критической длины, при превышении которой образцы повреждаются в серьезной степени.

Например, критическая длина может быть определена путем пропитывания образцов при давлении 85-150 бар и при температуре 40-60°C, сбросе давления до 20 бар в течение 40-60 мин и окончательном сбросе давления до 1 бар в течение 40 мин с последующим визуальным осмотром образцов.

Было установлено, что критические длины, как правило, находятся в интервале 0,4-6 м, более типично - 0,5-3 м.

Критическая длина может изменяться при изменении содержания воды в древесине. Кроме того, критическая длина может зависеть от определенного выбранного профиля давлений и распределения температур.

Например, было установлено, что у образцов из ели из Lilleheden, Дания, критическая длина составляет 1,2 м.

При отсутствии экспериментальных данных для практических целей можно предположить, что критическая длина для определенной партии составляет 1 м.

Различные породы древесины демонстрируют разную подверженность повреждениям во время обработок сверхкритическими текучими средами. Некоторые породы являются очень стойкими к повреждениям, в то время как другие породы подвержены им. Предполагается, что факторы, определяющие то, подвержена ли данная порода древесины повреждениям или нет, обусловлены структурой древесины, даже несмотря на то, что определяющий фактор точно не известен.

Породы древесины, которые подвержены повреждениям, в соответствии с изобретением также названы трудными в обработке породами.

Таким образом, специалист поймет из идей настоящего описания, что изделие из древесины представляет собой изделие из древесины, подверженной повреждению, если изделие изготовлено из трудной в обработке породы и размеры изделия таковы, что длина изделия превышает критическую длину для определенной породы.

Для определения того, является ли порода древесины трудной в обработке породой, соответствующее количество образцов ее может быть подвергнуто воздействию давления путем использования рассматриваемой текучей среды-носителя, и давление может быть сброшено в течение короткого периода времени, и впоследствии образцы проверяют на наличие повреждений. Например, давление, действующее на образцы за счет диоксида углерода, может быть повышено до 150 бар при 35°C и может быть сброшено в течение 30 мин, и впоследствии образцы могут быть проверены на наличие повреждений. Если количество повреждений, выявленных при осмотре после данной обработки, превышает выбранный предел, древесина представляет собой древесину трудных в обработке пород.

К примерам трудных в обработке пород древесины согласно изобретению относятся ель, красный кедр и ель Энгельманна.

В соответствии с настоящим изобретением повреждения древесины, вызванные сверхкритической обработкой, могут иметь различные последствия. В качестве повреждений можно наблюдать уменьшение прочности, уменьшение эластичности, трещины, сжатия или разрушения структуры древесины, когда древесина разделяется на многочисленные тонкие длинные щепки (хлысты). Для целей данного изобретения отсутствует различие между разными видами повреждений, и все они названы просто "повреждением".

При сбросе давления, действующего на кусок древесины, подвергнутый воздействию повышенного давления посредством среды-носителя, например диоксида углерода, можно отследить разные линии зависимости температуры от энтропии в зависимости от места в древесине. Предполагается, что в центральной клетке древесины сброс давления является по существу изоэнтروпическим, то есть осуществляемым по траектории, соответствующей пути А на фиг. 2. В клетки, расположенные снаружи центральных клеток, диоксид углерода поступает из внутренних клеток, и одновременно диоксид углерода выходит из рассматриваемых клеток, и, следовательно, сброс давления больше не является изоэнтропическим, но осуществляется по траектории, аналогичной пути В или С на фиг. 2, где путь В характеризует клетку, расположенную ближе к центральной клетке, чем клетка, характеризуемая траекторией С.

Как можно видеть на фиг. 2, путь А и В пересекает выделенную линию, разделяющую жидкость и сверхкритическое состояние, и поэтому жидкий диоксид углерода будет образовываться в данной клетке. Образование жидкого диоксида углерода имеет "драматические" последствия, поскольку проникновение жидкого диоксида углерода в древесину будет существенно меньшим по сравнению с проникновением сверхкритического диоксида углерода в древесину, и, следовательно, выделение диоксида углерода из указанной клетки существенно уменьшается. В результате этого очень большой градиент давления соз-

дается между указанной клеткой и окружающими зонами, что может привести к разрушению и повреждению древесины.

В соответствии с изобретением повреждений во время сверхкритической обработки лесоматериала, подверженного повреждению и имеющего длину, превышающую критическую длину, избегают или уменьшают их путем выполнения обработки таким образом, что сверхкритической текучей среде не дают возможности существовать в ее жидком виде внутри древесины (лесоматериала).

Специалист в данной области техники знает, как интерпретировать график зависимости температуры от энтропии (TS-график), подобный показанному на фиг. 1 или аналогичный, и знает, в каком состоянии рассматриваемое соединение существует в различных зонах графика. В частности, он имеет представление о границе между сверхкритическим состоянием и жидким состоянием, которую нельзя пересекать согласно настоящему изобретению. Таким образом, задача специалиста в данной области техники состоит в том, чтобы выбрать условия и траекторию сброса давления, которая не пересекает указанную границу.

Кроме того, автор изобретения ясно понял, что помимо повреждений, возникающих из-за того, что текучая среда, используемая в качестве сверхкритической текучей среды, захватывается в жидком виде внутри древесины, дополнительные повреждения могут возникать во время повышения давления или сброса давления в древесине. В частности, было осознано, что повреждения возникают во время повышения давления или сброса давления в зависимости от температуры древесины, при этом древесина будет повреждаться в большей степени, если температура повышается до значений, превышающих температуру пластификации древесины.

Температуру пластификации древесины определяют как температуру, при которой древесина становится деформируемой при малых перепадах давления. Специалистам понятно, что температура пластификации согласно изобретению соответствует температуре, необходимой для деформирования древесины путем использования обычной парораспределительной камеры, и, кроме того, понятно, как определить такие температуры.

Температура пластификации также может быть известна как температура пластикации или размягчения. В настоящей заявке данные термины считаются эквивалентными.

Например, для скандинавской ели, имеющей содержание влаги в диапазоне от 16 до 23%, было установлено, что температура пластификации составляет приблизительно 50-55°C.

Не желая быть ограниченными какой-либо теорией, полагают, что в том случае, когда температура древесины превышает температуру пластификации, древесина становится легко деформируемой и подверженной деформированию даже при небольших градиентах давления, что может привести к повреждениям древесины.

Таким образом, в предпочтительном варианте осуществления согласно изобретению древесину обрабатывают сверхкритической текучей средой, при этом температура древесины не превышает температуру пластификации во время повышения давления или сброса давления.

В особо предпочтительном варианте осуществления согласно изобретению процесс выполняют так, что текучей среде, используемой в качестве сверхкритической текучей среды, не дают возможности переходить в жидкое состояние внутри древесины и не допускают ситуации, при которой температура древесины превышает температуру пластификации во время повышения давления и сброса давления.

Повышение температуры до значений, превышающих температуру пластификации древесины, может в соответствии с изобретением привести к увеличению осаждения соединений, подлежащих осаждению. Для избежания повреждения древесины важно, чтобы давление не повышалось выше температуры пластификации, когда большие градиенты давления существуют в резервуаре. Следовательно, не следует осуществлять повышение температуры до значений, превышающих температуру пластификации древесины, до того, как будет достигнуто давление при выдержке, или до тех пор, пока скорость увеличения давления существенно не уменьшится. Температура должна быть снижена до значений, которые меньше температуры пластификации, до начала сброса давления.

Повышение температуры до значений, превышающих температуру пластификации древесины, может в некоторых вариантах осуществления обеспечить лучшее осаждение и лучшую адгезию активных соединений в древесине, что приводит к более высокой эффективности пропитки и меньшей утечке осажденных активных соединений после обработки.

Информация об условиях внутри древесины может быть полезной для обработки древесины путем использования носителя под высоким давлением. Данная информация, в особенности относящаяся к температуре и давлению, может быть получена путем обычного экспериментирования, например путем вставки контактных датчиков в соответствующее количество кусков древесины и измерения температуры и давления во время пробной обработки при использовании высокого давления. Специалисту в данной области техники понятно, что соответствующее число образцов должно быть использовано для данной пробной обработки, при этом указанное число должно быть выбрано с учетом неоднородности партии и т.д.

Изобретение также может быть использовано без детального знания условий внутри древесины. В настоящей заявке сформулирована идея, заключающаяся в том, что условия, при которых носитель су-

ществует в жидком виде, не должны создаваться внутри древесины, и температура древесины не должна превышать температуру пластификации древесины во время повышения давления и сброса давления в резервуаре. Специалисту понятно, как избежать таких условий. Меры, которые могут быть применены, представляют собой меры, которые ведут к смещению от границы между сверхкритической текучей средой и жидкостью, то есть давление и температура и предпочтительно температура, должны быть выбраны с учетом необходимости не превышать температуру пластификации.

В одном предпочтительном варианте осуществления тепло подводят к резервуару, в котором происходит сверхкритическая обработка, во время сброса давления. Количество тепла, которое должно быть подведено, должно быть достаточным для гарантирования того, что условия внутри древесины не позволят текучей среде, используемой при обработке, существовать в жидком виде. Например, если сверхкритической текучей средой является диоксид углерода, температура, превышающая критическую температуру 31°C, будет гарантировать то, что не будет образовано никакого жидкого диоксида углерода.

Температура может быть измерена путем вставки датчика температуры, например термометра, в один или несколько образцов при каждой обработке или в репрезентативное число образцов во время пробной обработки.

Средства, доступные для специалиста и предназначенные для регулирования температуры во время обработки, включают в себя добавление текучей среды, отвод текучей среды, добавление тепла, отвод тепла и любую пригодную комбинацию данных средств.

В одном варианте осуществления тепло подводят в резервуар путем одновременной подачи и отвода сверхкритической текучей среды, при этом температура текучей среды, подаваемой в резервуар, превышает температуру отводимой текучей среды, и количество подаваемой текучей среды меньше отводимого количества.

В другом предпочтительном варианте осуществления сброс давления осуществляют с помощью следующих операций:

(a) удаления носителя из резервуара до тех пор, пока не будут достигнуты давление и температура ниже начального состояния;

(b) добавления сверхкритической текучей среды, имеющей температуру, превышающую температуру текучей среды в резервуаре, до тех пор, пока не будет достигнуто давление, которое ниже начального давления на операции (a), и/или подвода дополнительного тепла в резервуар;

(c) повторения операции (a) и (b) один или несколько раз;

(d) когда давление будет достаточно низким, сбрасывания давления до приблизительно атмосферного давления и извлечения обработанной древесины.

Специалисту в данной области техники понятно, что во время операции (a) температура в резервуаре и внутри образцов древесины будет снижаться.

В данном варианте осуществления следуют по траектории на TS-графике, подобной изображенной на фиг. 3, при этом показанная траектория отражает состояние в центре древесины.

Количество повторений и максимальные значения для каждой операции (a), а также разница температур между текучими средами, отводимой и подаваемой на операции b), могут быть определены с помощью обычных экспериментов с учетом TS-графика. Предпочтительно, чтобы число операций составляло от 2 до 10, наиболее предпочтительно от 3 до 6. Максимальное значение для каждой операции предпочтительно составляет от 5 до 50 бар; более предпочтительно от 10 до 30 бар и наиболее предпочтительно 15-25 бар.

Один предпочтительный вариант осуществления включает в себя следующие операции:

a) резервуар загружают древесиной, подлежащей обработке;

b) в резервуаре повышают давление путем использования текучей среды-носителя до тех пор, пока не будет достигнуто давление обработки;

c) обеспечивают период выдержки, в котором давление является по существу постоянным или давление изменяется с малой скоростью;

d) сбрасывают давление в резервуаре до температуры окружающей среды, после чего извлекают обработанную древесину.

В качестве предпочтительных давлений и температур можно упомянуть

обработку, при которой сверхкритическое давление обработки на операции c) находится в диапазоне 85-300 бар, предпочтительно в диапазоне 100-200 бар, более предпочтительно в диапазоне 120-170 бар и наиболее предпочтительно в диапазоне 140-160 бар;

обработку, при которой температура текучей среды-носителя в древесине составляет свыше 10°C, предпочтительно свыше 20°C, предпочтительно свыше 25°C, предпочтительно свыше 30°C, более предпочтительно свыше 32,5°C и наиболее предпочтительно свыше 35°C;

обработку, при которой температура носителя в древесине находится в интервале 25-65°C, предпочтительно в интервале 31-55°C на операции b) и d), когда давление составляет свыше 30 бар;

обработку, при которой температура во время операции b) и d) составляет менее 65°C, предпочтительно менее 60°C, предпочтительно менее 55°C, более предпочтительно менее 50°C и наиболее предпочтительно менее 45°C;

обработку, при которой температура во время операции d) превышает 45°C, предпочтительно превышает 50°C, предпочтительно превышает 55°C и более предпочтительно превышает 60°C, когда давление превышает 30 бар.

Когда давление будет уменьшено до 10-30 бар, оно может быть сброшено до атмосферного давления без дополнительных мер (операция (d)).

Следует понимать, что повреждений также можно избежать путем уменьшения скорости снижения давления. Таким образом, сброс давления будет занимать больше времени, что гарантирует лучшее распределение тепла, и, следовательно, будет отсутствовать возможность снижения температуры в центре в такой большой степени, как это имело бы место при сбросе давления с более высокой скоростью. Кроме того, будет иметься больший период времени, в течение которого сверхкритическая текучая среда внутри древесины сможет выходить из древесины. Следовательно, образующиеся градиенты давления будут меньшими. Тем не менее, с промышленной точки зрения это решение не является привлекательным, поскольку более длительное время, используемое для снижения давления, означает, что каждая партия будет занимать установку в течение более продолжительного периода времени, что снова означает то, что производительность установки снижается.

Далее изобретение дополнительно проиллюстрировано нижеприведенными примерами, которые служат в качестве иллюстрации изобретения и которые не следует рассматривать как ограничивающие его каким-либо образом.

Примеры

Пример 1. Определение критической длины

Для данного определения были использованы образцы из еловой древесины, полученные из Lilleheden, Дания.

Образцы, имеющие длину в интервале от 0,25 до 1,2 м, были пропитаны при сверхкритических условиях путем использования диоксида углерода в качестве растворителя.

Образцы были пропитаны при температуре 55°C и давлении 150 бар путем использования 50 г биоцида, соответствующих осаждению 0,25 кг биоцида на м³ древесины.

После пропитывания в течение 20 мин давление в резервуаре было сброшено в соответствии с ходом (режимом), приведенным ниже в табл. 1.

Когда давление достигло атмосферного давления, резервуар был открыт и образцы были извлечены и проверены визуально на наличие повреждений.

Таблица 1

Длина (м)	0,25	0,25	0,5	0,75	1,0	1,2	1,2
Время для сброса давления 150-85 бар (мин)	20	40	20	20	20	20	40
Время для сброса давления 85-20 бар (мин)	40	60	40	40	40	40	60
Время для сброса давления 20-1 бар (мин)	40	40	40	40	40	40	40
поврежденный	нет	нет	нет	нет	нет	да	да

Из результатов следует, что критическая длина древесины (лесоматериала) составляет 1,2 м. Кроме того, можно видеть, что замедление сброса давления и, тем самым, увеличение времени для сброса давления 150-85 бар от 20 до 40 мин и 85-20 бар от 40 до 60 мин не привело к изменению критической длины.

На фиг. 4 показаны образцы, при этом очевидно, что образец длиной 1,2 м серьезно поврежден, в то время как остальные образцы не повреждены.

Пример 2. Влияние температуры на число повреждений

Данный пример показывает влияние температуры на число повреждений.

В резервуаре были обработаны еловые доски низших сортов с размерами 1"x3" путем использования сверхкритического диоксида углерода в качестве среды. Доски имели общую длину 1,5 м. Для имитации досок, имеющих длину 3 м, доски были заблокированы на одном конце так, что среда могла проникать в доски только на одном конце.

Различные давления, температуры и времена сброса давления были выбраны, как показано в табл. 1, и частота повреждений была рассчитана как процент досок, имеющих одно или несколько повреждений.

Таблица 2

Длина (м)	Температура (°C)	Время сброса давления (мин)	Частота повреждений (%)
1,5	45	39	22
3	45	39	41
3	55	39	13
3	65	39	5
3	55	90	7
3	65	90	0

Исходя из данных в табл. 2, можно сделать вывод, что длина досок оказывает существенное влияние на частоту повреждений, которая увеличивается от 22 до 41% при увеличении длины от 1,5 до 3 м.

Кроме того, можно сделать вывод, что температура обработки, то есть начальная температура перед сбросом давления, оказывает заметное влияние на частоту повреждений. Можно наблюдать, что при продолжительности сброса давления, составляющей 39 мин, имеет место уменьшение с 41 до 5%, соответственно, при температуре от 45 до 65°C.

Аналогичное уменьшение можно наблюдать для периода сброса давления, составляющего 90 мин, в данном случае на более низком уровне из-за более продолжительного времени.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ обработки древесины, подверженной повреждению, текучей средой-носителем под высоким давлением, отличающийся тем, что текучей среде не дают возможности существовать в ее жидком виде внутри древесины.

2. Способ по п.1, в котором обработку выбирают из пропитки, экстрагирования, окрашивания или сушки.

3. Способ по п.1 или 2, включающий в себя следующие операции:

а) в резервуар загружают древесину, подлежащую обработке;

б) в резервуаре повышают давление путем использования текучей среды-носителя до тех пор, пока не будет достигнуто давление обработки;

с) обеспечивают период выдержки, в котором давление является по существу постоянным или давление изменяется с малой скоростью;

д) сбрасывают давление в резервуаре до температуры окружающей среды, после чего извлекают обработанную древесину.

4. Способ по п.3, в котором обработка представляет собой пропитку и активные компоненты добавляют в систему на операции а) или б).

5. Способ по п.4, в котором обработка происходит, по меньшей мере, частично при сверхкритическом состоянии.

6. Способ по п.5, в котором сверхкритическое давление обработки на операции с) находится в диапазоне 85-300 бар, предпочтительно в диапазоне 100-200 бар, более предпочтительно в диапазоне 120-170 бар и наиболее предпочтительно в диапазоне 140-160 бар.

7. Способ по п.5 или 6, в котором температура текучей среды-носителя в древесине составляет свыше 10°C, предпочтительно свыше 20°C, предпочтительно свыше 25°C, предпочтительно свыше 30°C, более предпочтительно свыше 32,5°C и наиболее предпочтительно свыше 35°C.

8. Способ по п.7, в котором температура носителя в древесине находится в интервале 25-65°C, предпочтительно в интервале 31-55°C на операции б) и д), когда давление составляет свыше 30 бар.

9. Способ по любому из пп.3-8, в котором температура древесины ниже температуры пластификации древесины во время операции б).

10. Способ по любому из пп.3-9, в котором температура во время операции б) и д) составляет менее 65°C, предпочтительно менее 60°C, предпочтительно менее 55°C, более предпочтительно менее 50°C и наиболее предпочтительно менее 45°C.

11. Способ по любому из пп.3-9, в котором носитель содержит диоксид углерода.

12. Способ по любому из пп.3-11, в котором тепло отводят во время операции д).

13. Способ по любому из пп.3-12, в котором тепло подводят на операции б).

14. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором древесину, подверженную повреждению, выбирают среди трудных в обработке пород древесины.

15. Способ по п.14, в котором древесину, подверженную повреждению, выбирают из ели, ели Энгельманна и красного кедра.

16. Способ по любому из пп.3-15, в котором температуру повышают выше температуры пластификации во время операции с).

17. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором температура во время операции d) превышает температуру пластификации, когда давление превышает 30 бар.

18. Способ по п.17, в котором температура во время операции d) превышает 45°C, предпочтительно превышает 50°C, предпочтительно превышает 55°C и более предпочтительно превышает 60°C, когда давление превышает 30 бар.

19. Способ по любому из пп.3-18, в котором сброс давления выполняют с помощью следующих операций:

i) удаления текучей среды из резервуара до тех пор, пока не будут достигнуты давление и температура в сверхкритическом состоянии, но ниже начального состояния;

ii) добавления текучей среды и/или тепла до тех пор, пока не будет достигнуто давление, которое ниже начального давления на операции i);

iii) повторения операции i) и ii) один или несколько раз;

iv) когда давление будет достаточно низким, сбрасывания давления до приблизительно атмосферного давления и извлечения обработанной древесины.

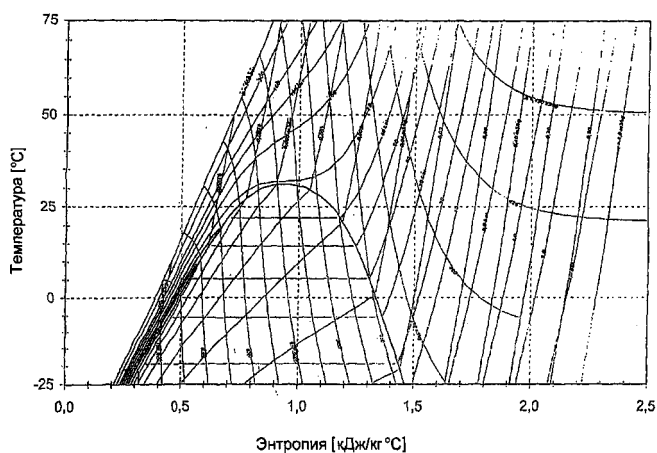
20. Способ по любому из пп.1-19, в котором древесина представляет собой еловую древесину и температура превышает 31°C во время процесса и составляет менее 55°C во время повышения давления и сброса давления.

21. Изделие из древесины, обработанной в соответствии с любым из пп.1-20.

22. Способ создания условий для обработки древесины, подверженной повреждению, имеющей длину, которая превышает критическую длину, сверхкритической текучей средой, отличающийся тем, что обработку проводят таким образом, что сверхкритической текучей среде не дают возможности существовать в ее жидком виде внутри древесины.

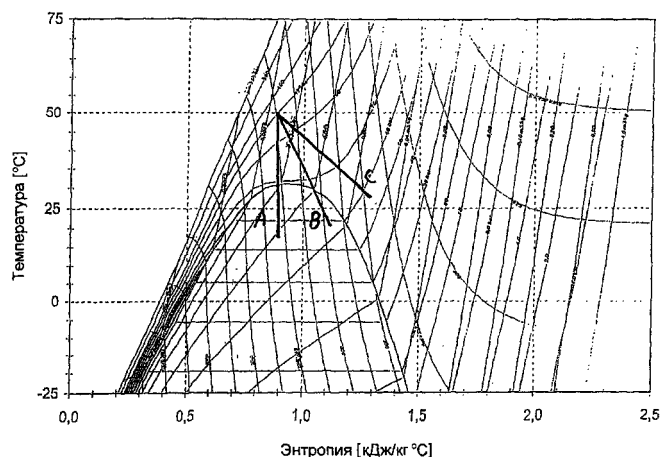
23. Способ по п.22, в котором температура древесины во время повышения давления и сброса давления ниже температуры пластификации древесины.

График зависимости температуры от энтропии для CO₂

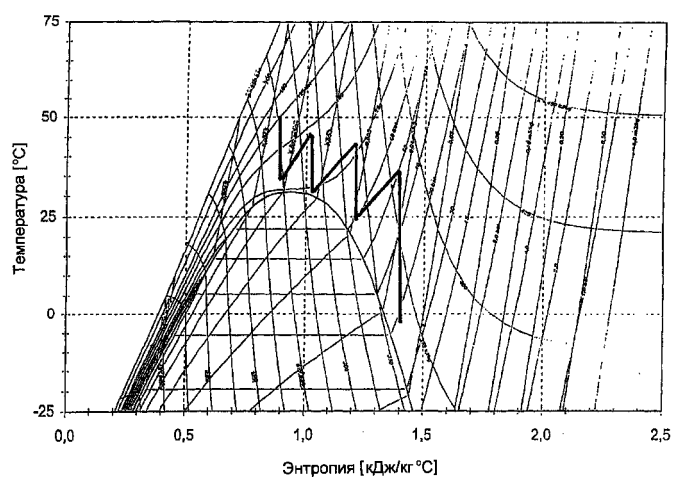


Фиг. 1

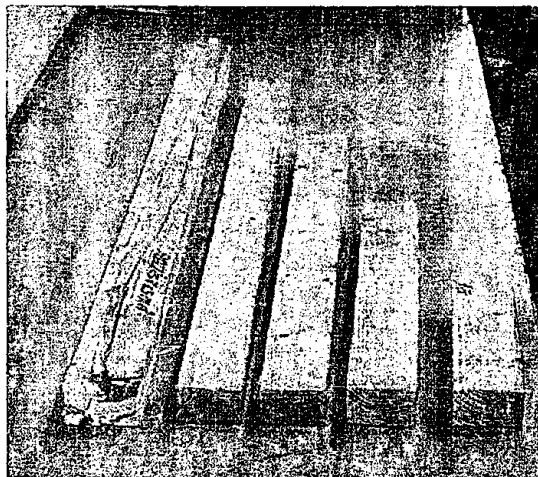
График зависимости температуры от энтропии для CO₂



Фиг. 2

График зависимости температуры от энтропии для CO_2 

Фиг. 3



Фиг. 4

