



**NORGE**

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 155403**

STYRET FOR DET  
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.<sup>4</sup> D 21 C 9/16

(21) Patentsøknad nr. **800068**

(22) Inngivelsesdag 11.01.80

(24) Løpedag 11.01.80

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **SUNDS DEFIBRATOR AB,**  
Sandhamnsgatan 81, S-102 51 Stockholm 27,  
**EKA AB,**  
Fack, S-445 01 Surte,  
Sverige.

(83)

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 14.07.80

(44) Utlegningsdag 15.12.86

(72) Oppfinner **SVEN GÖRGEN ÅKERLUND,**  
Sollentuna,  
**JAN-ERIK HÖÖK,**  
Lilla Edet,  
Sverige.

(74) Fullmektig A/S Oslo Patentkontor  
Dr.ing. K. O. Berg, Oslo.

(30) Prioritet begjært 12.01.79, Sverige,  
nr. 7900302.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMANGSMÅTE VED BEHANDLING AV  
ET CELLULOSEHOLDIG FIBERMATERIAL.**

(57) Sammendrag

Fremgangsmåte ved fremstilling av mekaniske, kjemi-  
mekanisk og halv kjemiske masser av lignocelluloseholdige  
materialer i form av flis, hakk eller grov fibermasse  
ved at det lignocelluloseholdige materiale impregneres med  
den alkalisilikatopløsning og kompleksdannere og at kisel-  
syre ved surgjøring bringes til å felles ut på fiber-  
materiale som oppvarmes til 100 - 170°C i 1 - 10 min. og  
deretter males i nærvær av en peroksydopløsning.

(56) Anførte publikasjoner  
Norsk (NO) patent nr. 110849,  
BRD (DE) utl. skrift nr. 2606718,  
Svensk (SE) utl. skrift nr. 397851

Foreliggende oppfinnelse kan anvendes ved fremstilling av mekaniske, kjemimekaniske og halvmekaniske fibermasser av lignocelluloseholdige materialer slik som bar- og løvved, bagasse, halm og lignende fiberholdig materiale, som på hensiktsmessig måte er blitt oppdelt til flis, hakk eller grov fibermasse og i det etterfølgende benevnes flis respektive grovmasse. Oppfinnelsen er spesielt anvendelig ved fremstilling av mekaniske masser ved bearbeidelse i skiveraffinører til både såkalte raffinørmasser og termomekaniske masser såkalte TMP. De førstnevnte fremstilles ved maling av flis ved atmosfæretrykk, de sistnevnte ved overtrykk og forhøyet temperatur, 100-170°C.

Fra ansøkerens svenske patentansøkning nr. 7703137-5 er det kjent at man med fordel kan bleke mekaniske masser ved temperaturer vesentlig høyere enn 100°C med alkaliske peroksydinneholdende blekevæsker, dersom blekingen utføres i skiveraffinør og blekevæsken direkte mates inn i malesonen mellom de mot hverandre roterende maleskiver, av hvilke en kan være fast og da benevnes statorskive. I sistnevnte tilfelle er det enklest å tilføre blekevæsken gjennom hull eller kanaler i statorskiven, hvilke munner direkte ut i malesonen. Blekevæsken kan utgjøres av på kjent måte fremstilt peroksydoppløsning som foruten hydrogenperoksyd inneholder alkali og en beskyttelseskolloid vanligvis natriumsilikat og dessuten ofte en kompleksdanner av DTPA-type.

Det har imidlertid vist seg at ved lengre tids drift kan det oppstå problemer ved utfelling av uoppløselige bestanddeler som hovedsakelig består av kiselsyre og til en viss grad av uoppløselige silikater. De uoppløselige bestanddeler er tilbøyelige til å feste seg i maleskivenes mønster, og som følge av dette vil maleresultatet forringes.

Ifølge oppfinnelsen impregneres derfor flisen eller grovmassen før behandlingen i raffinør med en vannoppløsning av et oppløselig alkalisilikat, f.eks. natriumsilikat, idet peroksydbleking kan gjennomføres med en silikatfri alkalisk peroksydoppløsning med fullgodt blekeresultat. Samtidig elimineres de tidligere nevnte utfellinger på maleskivene. Impregneringen kan skje på alle kjente måter som kan tillempes til utgangsmaterialet. Flis impregneres

155403

2

best ved at den først bases og derpå komprimeres, for deretter i komprimert tilstand å innføres i en silikatoppløsning, i hvilken flisen får ekspandere og suge opp oppløsning. Omkring flisen igjenværende fri silikatoppløsning kan deretter helt eller delvis fjernes før flisen mates inn i raffinøren. Flis av løvved kan også med fordel impregneres ved nedsenkning i silikatoppløsning, som på grunn av løvvedens store lumenkanaler, lett suges opp. Grovmasse impregneres enklest ved oversprøyting med silikatoppløsning, som ved diffusjon i løpet av passende tid suges opp av massen. Overskudd av fri silikatoppløsning kan på kjente måter fjernes f.eks. ved avsugning på filter eller ved pressing.

Når man ifølge ytterligere et karakteristisk trekk for oppfinnelsen impregnerer flisen med en oppløsning av natriumsilikat ved en pH som kan ligge mellom 6-10 og en defibreringstemperatur på 100°C eller høyere, 100-170°C, oppstår en økning av raffinørens effektuttak. Dette resulterer i et raskere maleforløp, og massens styrkeegenskaper blir vesentlig bedre enn i de tilfeller defibrering gjennomføres uten foregående impregnering med silikat. Med den silikatimpregnerte flis fås en høyere malegrad (lavere freeness) enn med den uimpregnerte flis ved samme produksjon.

Det er sannsynlig at den oppståtte økning i effektuttak ved defibreringen henger sammen med en utfelling av kiselsyre i og på fibreene slik at det oppstår en kiselsyrestruktur som gjør fibreene stivere og fiberflaten hardere, hvorved raskere maling og fibrillering inntreer, også ved en relativt høy temperatur. Ved 100°C og høyere befinner fibermasser med høyt innhold av lignin og hemicellulose seg nemlig normalt i en plastisk tilstand, som er blitt nærmere beskrevet f.eks. i ansøkerens svenske patent nr. 308983. Det er under slike forhold meget vanskelig å få fiberen til å "ta" maling. Malegraden øker langsomt og massen får dårlige styrkeegenskaper unntagen med hensyn til rivestyrke, hvilket viser at maling ved høy temperatur, 100-200°C bevirker en slags knaing av massen og skjer uten nevneverdig fiberforkortelse.

Utfelling av kiselsyre på fibreene har skjedd i forbindelse med den impregnerte flisens innmating i defibratorens forvarmer, i

hvilken oppholdstiden kan variere mellom 1 og 10 minutter og temperaturen vanligvis er den samme som i defibratoren, 100-170°C, men kan være lavere dersom fremmatingen mellom forvarmer og defibrator skjer damp tett. Ved den sure hydrolyse som inntreer i det lignocelluloseholdige materiale ved dets oppvarming i forvarmeren dannes organiske syrer som senker vannopløsningens pH, idet kiseltsyre felles ut.

Utfelling av kiseltsyre kan også skje helt eller delvis før innmatning i forvarmeren ved at impregneringsoppløsningen nøytraliseres eller surgjøres med organiske eller uorganiske syrer inntil hensiktsmessig pH oppnås. Den kan utvise sur nøytral eller svakt alkalisk reaksjon. Utfelling av kiseltsyre på nevnt måte kan også skje ved at overskudd av fri impregneringsoppløsning helt eller delvis er fjernet.

Den ved defibrering og/eller raffinering av fibermasse, i hvilken kiseltsyre er felt ut, oppstatte effekt på maleforløpet ligner den som oppstår ved raffinering av lignin- og hemicelluloserike masser ved lav temperatur, ca. 60°C, når hele den intercellulære substans befinner seg i fast fase. Dette øker fibrenes stivhet og hardhet, relativt sett, hvorved motstanden ved maling øker og som følge av dette stiger effektuttaket.

En lignende effekt er blitt iaktatt ved utfelling av tungtoppløselige salter, f.eks. silikat og karbonat av kalsium og magnesium i og på det fiberholdige materiale. Slik utfelling kan skje ved at det lignocelluloseholdige materiale først impregneres med oppløselige alkalisalter av f.eks. kiseltsyre og karbondioksyd, som deretter omsettes med oppløselige salter av kalsium og magnesium. Impregnering og omsetting av saltene kan også gjøres i omvendt rekkefølge.

Ved bleking av flis eller grovmasse med peroksydholdige oppløsninger kan hele den mengde silikat som er nødvendig for blekingens gjennomførelse tilføres ved impregneringen uten at det oppstår risiko for en forringet blekeeffekt og derved fås også en masse med vesentlig forbedrede styrkeegenskaper, slik det fremgår av nedenstående tabell:

155403

4

Peroksybleket masse fremstilt i forbindelse med TMP-defibrering av flis.

Kjemikalie	Tilsatt	under	M A S S E E G E N S K A P E R		
	Impreg- nering kg pr. tenkt masse	Defibre- ring tonn tørr- masse	Freeness CSF ml	Slite- lengde m	Lyshet ISO %
TMP	Ingen	Ingen	110	3860	54,5
NA <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	20	0	180	4455	55
DTPA	3,3	0	80	5695	55
pH a)	7,65	5,5			
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0	21			
NaOH	0	9,8			
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	20	0	160	4655	66
DTPA	3,3	0			
pH a)	7,65	8,35			

a)  
pH etter impregnering resp. defibrering

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for ved maling i raffinør å fremstille  
5 blekede mekaniske, kjemimekaniske og halvmekaniske masser  
av lignocelluloseholdige fibermaterialer i form av flis  
eller grov cellulosemasse, k a r a k t e r i s e r t  
v e d at det lignocelluloseholdige materiale impregneres  
10 med en oppløsning av alkalisilikat og kompleksdanner ved en  
pH mellom 6-10 og at enten (1) utfelles kiselsyre på og i  
fibermaterialet med organiske syrer som ved sur hydrolyse  
oppstår i fibermaterialet når dette oppvarmes til 100-  
170°C i mettet damp i løpet av 1-10 minutter, eller (2)  
15 utfelles et tungoppløselig silikat av kalsium eller magnes-  
ium på og i fibermaterialet ved at det oppløselige alkali-  
silikat omsettes med et oppløselig salt av kalsium eller  
magnesium, og det varme fibermaterialet males deretter i  
mettet damp ved 100-170°C, og samtidig tilføres en sili-  
katfri alkaliperoksydoppløsning til fibermaterialet når  
20 dette kommer inn i malesonen mellom raffinørens male-  
organer.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t  
v e d at det impregnerte og med utfelt kiselsyre eller  
25 tungtoppløselige silikater av kalsium eller magnesium  
behandlede fibermateriale males mellom maleskivene i en  
skiveraffinør, og at samtidig tilføres den silikatfrie opp-  
løsning av alkaliperoksyd til malesonen gjennom én av de i  
maleskivene anordnede kanaler som munner direkte inn i  
30 malesonen.

35