

# SUOMI - FINLAND

*Patentti No 126206*

## **PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS**

*on tänään myöntänyt 15 päivänä joulukuuta 1967 annetun patenttilain siihen myöhemmin tehtyine muutoksineen nojalla oheisen patenttijulkaisun mukaisen patentin. Patentinhaltijan nimi, keksinnön nimitys ja patenttihakemuksen tekemispäivä käyvät ilmi patenttijulkaisun etusivulta.*

*Helsingissä, 15.08.2016*

*Rauni Hagman  
Pääjohtaja*



FI000126206B

(12) **PATENTTIJULKAISU**  
**PATENTSKRIFT**

(10) **FI 126206 B**

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats

15.08.2016

(51) Kv.lk. - Int.kl.

**D21D 1/20** (2006.01)

**D21B 1/04** (2006.01)

**D21H 11/18** (2006.01)

**SUOMI – FINLAND**

**(FI)**

**PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS**  
**PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN**

(21) Patenttihakemus - Patentansökning

20115667

(22) Saapumispäivä - Ankomstdag

23.06.2011

(24) Tekemispäivä - Ingivningsdag

23.06.2011

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

24.12.2012

(73) Haltija - Innehavare

**1 • UPM-Kymmene Corporation**, Alvar Aallon katu 1, 00100 HELSINKI, SUOMI - FINLAND, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

**1 • Björkqvist, Tomas**, Tampere, SUOMI - FINLAND, (FI)

**2 • Gustafsson, Helmer**, KANGASALA, SUOMI - FINLAND, (FI)

**3 • Koskinen, Timo**, ESPOO, SUOMI - FINLAND, (FI)

**4 • NUOPPONEN, Markus**, HELSINKI, SUOMI - FINLAND, (FI)

**5 • VEHNÄINEN, Annikki**, HELSINKI, SUOMI - FINLAND, (FI)

**6 • FREDRIKSON, Antti**, KIRKKONUMMI, SUOMI - FINLAND, (FI)

(74) Asiamies - Ombud

**Tampereen Patenttitoimisto Oy**, Visiokatu 1, 33720 Tampere

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Menetelmä ja laitteisto selluloosapitoisten materiaalien fibrilloimiseksi**

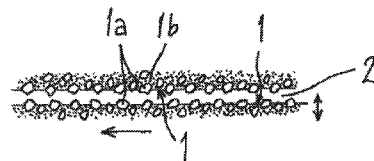
**Förfarande och anordning för fibrillering av cellulosahaltiga materialer**

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

US 6183596 B1, JP 2200763 A, EP 1538257 A1, US 5385640 A, EP 2267222 A1, JP 2007100246 A, US 4023739 A, SIRÖ, I. and PLACKETT, D. MICROFIBRILLATED CELLULOSE AND NEW NANOCOMPOSITE MATERIALS: A REVIEW. CELLULOSE, KESÄKUU 2010, VOL. 17, NO. 3, S. 459-494.

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Menetelmässä fibrillisellun valmistamiseksi selluloosapohjaista kuituraaka-ainetta käsitellään mekaanisesti jauhatusraossa (2) fibrillien erottamiseksi. Jauhettaviin kuituihin vaikutetaan jauhatusrakoa (2) rajaavassa jauhatuspinnassa (1) nousevien grittien (1a) aikaansaamalla pinnankarheudella Ra, joka on alle 3 µm, edullisesti alle 2 µm. Jauhatuspinta (1) on muodostettu grittien (1a) ja sideaineen (1b) ruiskutuksella alustalle.



I ett förfarande för tillverkning av fibrillerad cellulosabehandlas ett cellulosabaserat fiberråmaterial mekaniskt i en malningspalt (2) för att avskilja fibriller. Fibrerna som skall malas påverkas av ytråheten Ra vilken åstadkoms genom hårda partiklar (1a) som uppstår i malningsytan (1) som avgränsar malningsspalt (2), och vilken ytråhet är mindre än 3 µm, företrädesvis mindre än 2 µm. Malningsytan (1) är bildad genom att bespruta hårda partiklar (1a) och bindemedel (1b) på ett underlag.

## Menetelmä ja laitteisto selluloosapitoisten materiaalien fibrilloimiseksi

### Keksinnön ala

- 5 Tämä keksintö kohdistuu menetelmään selluloosan valmistamiseksi, jossa selluloosapohjaista kuituraaka-ainetta käsitellään mekaanisesti mikrofibrillien erottamiseksi. Keksintö kohdistuu myös laitteistoon nanoselluloosan valmistamiseksi.
- 10 Lignoselluloosapitoisten kuitujen jauhatuksessa esim. kiekko- tai kartiojauhimella matalassa noin 3-4 %:n sakeudessa kuituseinän rakennetta löyhennetään ja kuitujen pinnasta irrotetaan fibrillejä eli ns. hienoainetta. Syntyneellä hienoaineella ja taipuisilla kuiduilla on edullinen vaikutus useiden paperilajien ominaisuuksiin. Sellukuitujen jauhatuksessa on kuitenkin tavoitteena säilyttää kuitujen pituus ja lujuus. Mekaanisen massan jälkijauhatuksessa tavoitteena on kuitujen osittainen fibrillointi ohentamalla paksua kuituseinää jauhamalla fibrillien irrottamiseksi kuidun pinnasta.
- 15 Lignoselluloosapitoiset kuidut ovat myös hajotettavissa kokonaan pienemmiksi osasikseen irrottamalla kuitujen seinämien rakenneosina toimivat fibrillit, jolloin saatujen partikkelien kokoluokka pienenee huomattavasti. Näin saadun ns. fibrillisellun ominaisuudet poikkeavat huomattavasti normaalin sellumassan ominaisuuksista. Fibrillisellua voidaan myös käyttää paperin valmistuksessa lisäaineena ja saada lisättyä paperituotteen palstautumis- ja vetolujuutta, sekä lisätä paperin tiiviyyttä. Fibrillisellu eroaa myös ulkomuodoltaan sellumassasta, sillä se on geelimäistä materiaalia, jossa fibrillit ovat vesidispersiona. Fibrillisellun ominaisuuksien vuoksi siitä on tullut haluttu raakamateriaali, jota sisältäville tuotteille olisi teollisuudessa useita käyttökohteita, mm. lisäaineena eri koostumuksissa.
- 20 Fibrillisellua pystytään eristämään sellaisenaan suoraan eräiden bakteerien (mm. *Acetobacter xylinus*) fermentaatioprosessista. Kaikista lupaavin potentiaalinen raaka-aine fibrillisellun suurimittakaavaista tuotantoa ajatellen on kuitenkin kasviperäinen selluloosakuituja sisältävä raaka-aine, erityisesti puu ja siitä valmistettu sellumassa. Fibrillisellun valmistus sellusta vaatii kuitujen hajotuksen edelleen fibrillien kokoluokkaan. Käsittelyssä selluloosakuitususpensio ajetaan korkeita leikkausvoimia materiaaliin tuottavan homo-
- 25
- 30
- 35

genisointivaiheen läpi useita kertoja. Tämä voidaan saada aikaan ohjaamalla suspensiota toistuvasti suuressa paineessa kapeasta aukosta, jossa se saavuttaa suuren nopeuden. Voidaan käyttää myös jauhinkiekkoja, joiden välistä kuitususpensiota syötetään useita kertoja.

5

Käytännössä fibrillisellun valmistus perinteisen kokoluokan sellukuidusta voidaan toteuttaa nykyään vain laboratoriomittakaavan kiekkojauhimilla, joita on kehitetty elintarviketekniikan tarpeisiin. Tämä tekniikka vaatii useita peräkkäisiä jauhatuskertoja, esimerkiksi 2-5 kertaa, jotta päästään nanoselluloosan kokoluokkaan. Menetelmä on myös huonosti skaalattavissa teolliseen mittakaavaan.

10

Kiekkojauhimen jauhatuspinnoilla pyritään välittämään jauhatusyötä käsiteltävään materiaaliin kovien, pintaan kiinnitettyjen partikkelien, "grittien" avulla. Ongelmana pyrittäessä pienen kokoluokan kuituihin, kuten fibrillisellun kokoluokkaan, on erityisesti se että pintojen suorittaman jauhatusyön tehokkuus on heikko, jos jauhusrako on leveä. Jos taas jauhusrakoa pienennetään, jauhatusessa käytetyt kovat gritit, jotka ovat valmistusmenetelmästä johtuen sijoittuneet vaihteleville korkeuksille pinnan sideaineeseen, kuluvat tai irtoavat helposti. Näin gritit hioutuvat käytännössä jauhatuspinnan perustasolle tai irrotessaan jättävät suuria kuoppia jauhatuspintaan, jolloin jauhusrakoon tulee väljiä kohtia joissa kuidut välttävät jauhatusyön.

15

20

25

Käytettyjen grittien suuresta koosta johtuen myös pinnakarheudesta tulee niin suuri, että jauhatuspintaan syntyy vapaita välejä, jotka eivät muokkaa kuituja.

### Keksinnön yhteenveto

30

Keksinnön tarkoituksena on esittää menetelmä seluuloosapitoisten materiaalin fibrilloimiseksi, erityisesti fibrillisellun valmistamiseksi, jolla saavutetaan parempi jauhustehokkuus jauhatuspinnan pinta-alayksikköä kohti ja jolla voidaan välttää pinnan kulumisen. Tämän tarkoituksen toteuttamiseksi keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasiassa tunnusomaista se, että jauhettaviin kuituihin vaikutetaan jauhatuspinnassa nousevien grittien aikaansaamalla pinnankarheudella  $R_a$ , joka on alle  $3\ \mu\text{m}$ , edullisesti alle  $2\ \mu\text{m}$ . Jau-

35

hatus suoritetaan edullisimmin jauhatusraossa, jonka vastapäisillä pinnoilla on edellä määritelty rakenne.

Edullisesti pinnankarheus Ra jauhatuspinnassa on välillä 0,5 - 1 µm.

5

Tällaisella "mikrokarheudella" ja riittävän tasaisesti ja tiheästi jakautuneilla kulmikkailla griteillä, jotka saavat aikaan riittävästi kovia partikkelien etureunoja jauhatuspinnan liikesuunnassa, voidaan välttää liian suuri vapaa tilavuus, jonka kautta kulkeutuessaan kuidut säästyvät jauhatustyöltä.

10

Käytännössä edellä kuvattu menetelmä on toteutettavissa eri jauhimissa, joissa jauhatusrako saadaan kahden suhteellisesti liikkuvan ja edellä kuvattulla "mikrokarheudella" varustetun jauhatuspinnan väliin. Normaalisti toinen pinta on staattinen tai toinen pinta liikkuva em. suhteellisen liikkeen toteuttamiseksi.

15

Erään suoritusmuodon mukaan käsiteltävä kuitususpensio syötetään jauhatusrakoon käyttämällä vakio-tilavuussyöttöä, ja jauhatusraon asettamiseksi jauhatustyön kannalta optimaaliseksi käytetään rakoa sulkevaa voimaa. Kun käytetään vakio-tilavuussyöttöä, joka voidaan toteuttaa esimerkiksi syrjäytyspumpulla, saadaan aina tietty tilavuusvirtaus (tuotto) ja toisena suureena voidaan käyttää rakoa sulkevaa, ulkopuolisen toimilaitteen tuottamaa voimaa.

20

Keksinnön mukaiselle laitteistolle on puolestaan tunnusomaista se, että jauhatusrakoa rajaavalla jauhatuspinnalla on pinnassa nousevien grittien aikaansaama pinnankarheus Ra, joka on alle 3 µm, edullisesti alle 2 µm.

25

Jauhatuspinnan pinnankarheus Ra on edullisesti välillä 0,5 - 1 µm.

30

Edullisimmin molemmilla jauhatusrakoa rajaavilla jauhatuspinoilla on edellä määritelty rakenne. Niillä voi olla esimerkiksi täsmälleen sama pinnankarheus Ra.

35

Gritit ovat suhteellisen tiheään asetettuja kovia kulmikkaita partikkeleita, joilla saadaan aikaan jauhatuspinnan liikkeen mukana eteneviä korkeita etureunoja. Partikkelien partikkelikoko on alle 10 µm. Partikkelit voivat olla karbidia, esimerkiksi wolframikarbidia.

Laitteiston edullisen suoritusmuodon mukaan siihen kuuluu vakiotilavuuspumppu käsiteltävän kuitususpension syöttämiseksi jauhatusrakoon sekä toimilaite jauhatusraon asettamiseksi toimilaitteen tuottaman voiman avulla.

5

Itse jauhimen muoto voi vaihdella. Se voi olla kiekkojauhimen tyyppinen laite, jossa jauhatuspintojen välinen rako suuntautuu jauhinkiekon pyörimisakselista radiaalisuuntaan, tai kartiojauhimen tapainen laite, jossa rako syntyy kartiomaisten jauhatuspintojen väliin.

10

Laitteistossa voi olla myös useita samanaikaisesti toimivia, edellä kuvattujen jauhatusrakojen muodostamia jauhatusvyöhykkeitä, joihin syötetään rinnakkain samaa käsiteltävää massaa, jolloin kapasiteettia saadaan lisää. Näiden jauhatusvyöhykkeiden jauhatuspinnat voivat olla kytketyt mekaanisesti samaan pyörimisakseliin (käyttöakseliin), jolla jauhatuksen vaatimaa energiaa tuodaan jauhatusrakoihin. Kullekin jauhatusvyöhykkeelle voidaan syöttää käsiteltävää massaa omalla vakiotilavuuspumpulla. Kaikkien jauhatusvyöhykkeiden jauhatuspinnat ovat edullisesti pinnankarheudeltaan samanlaiset.

20

#### Piirustusten lyhyt kuvaus

Keksintöä selostetaan seuraavassa viitaten oheisiin piirustuksiin, joissa

kuva 1 esittää jauhatusrakoa sekä sitä rajaavia jauhatuspintoja poikkileikkauksena,

25

kuva 2 on SEM-mikroskooppikuva karbidipinnoituksella aikaansaadusta jauhatuspinnasta,

kuva 3 esittää kaavamaisesti laitteiston edullista suoritusmuotoa.

kuva 4 on menetelmällä aikaansaadun tuotteen valomikroskooppikuva, ja

30

kuvat 5 ja 6 esittävät menetelmällä saatujen fibrillisellujen ominaisuuksien riippuvuutta jauhatusenergiasta.

### Keksinnön yksityiskohtainen selostus

5 Fibrillisellulla tarkoitetaan tässä hakemuksessa selluloosapohjaisesta kuituraaka-aineesta erotettuja selluloosamikrofibrillejä tai mikrofibrilli-kimppuja. Näille fibrilleille on ominaista korkea muotosuhde (pituus/halkaisija): niiden pituus voi ylittää 1 µm, kun taas halkaisija jää tyypillisesti alle 200 nm. Pienimmät fibrillit ovat ns. elementaarifibrillien kokoluokkaa, jossa halkaisija on tyypillisesti 2-12 nm. Fibrillien mitat ja kokojakautuma riippuu jauhatusmenetelmästä ja –tehokkuudesta. Fibrillisellu voidaan karakterisoida selluloosapohjaiseksi materiaaliksi, jossa partikkeleiden (fibrillien tai fibrillikimppujen) mediaanipituus on enintään 10 µm, esimerkiksi välillä 0,2 - 10 µm, edullisesti enintään 1 µm ja partikkeleiden halkaisija on alle 1 µm, vaihdellen sopivimmin välillä 2 nm – 200 nm. Fibrillisellulle on ominaista suuri ominaispinta-ala ja vahva kyky muodostaa vetysidoksia. Fibrillisellu on vesidispersiossa ulkonäöltään tyypillisesti joko vaaleaa tai lähes väritöntä, geelimäistä materiaalia. Fibrillisellu voi kuituraaka-ainesta riippuen sisältää myös jonkin verran muita puun ainesosia kuten hemiselluloosaa tai ligniiniä . Fibrillisellusta usein käytettyjä rinnakkaisnimiä on nanofibrilloitu selluloosa eli ”nanofibrillated cellulose” (NFC), josta usein on käytetty vain yksinkertaista nimitystä ”nanoselluloosa”, ja mikrofibrilloitu selluloosa eli ”microfibrillated cellulose” (MFC).

25 Termillä ”jauhaminen” tai ”jauhatus” tarkoitetaan tässä hakemuksessa yleisesti materiaalin pienentämistä mekaanisesti partikkeleiden kohdistetun työn avulla, joka voi olla hiertämistä, murskaamista tai leikkaamista tai näiden yhdistelmää tai muuta vastaavaa partikkelikokoa pienentävää toimintaa. Jauhatustyön viemä energia ilmaistaan yleensä termein energia/käsitelty raakaainemäärä, yksikkönä esim. kWh/kg, MWh/tonni tai näihin verrannolliset yksiköt.

30 Jauhatus suoritetaan matalassa sakeudessa kuituraaka-aineen ja veden seokselle, kuitususpensiolle. Jauhatuksessa olevasta kuituraaka-aineen ja veden seoksesta käytetään jäljempänä myös nimitystä massa. Jauhatuksessa oleva kuituraaka-aine voi tarkoittaa kokonaisia kuituja, niistä erottuneita osia, fibrillikimppuja ja fibrilleitä, ja tyypillisesti massa on näiden elementtien seos, jossa ainesosien suhteet riippuvat jauhatusvaiheesta.

Kuvassa 1 on esitetty jauhatusrako 2, joka muodostuu vastapäisten jauhatuspintojen 1 väliin. Jauhatuspinnat 1 on muodostettu ruiskuttamalla alustalle kovia partikkeleita 1a ja sideainetta 1b. Kovat partikkelit ovat esimerkiksi karbidia, joiden partikkelikoko voi olla välillä 1-3 µm. Sideaine 1b on metallista sideainetta, joka kestää hyvin mekaanisia rasituksia ja pitää partikkelit 1b hyvin paikoillaan. Toisen jauhatuspinnan liikettä on kuvattu nuolella.

Eräs mahdollinen pinnoite, joka ei kuitenkaan rajaa keksintöä, on wolframikarbidi (WC) – kobolttikromi(10Co-4Cr) –pinnoite, jossa jälkimmäinen komponentti toimii sideaineena. Kovien partikkelien (grittien) ja sideaineen suhteella voidaan vaikuttaa grittitiheyteen jauhatuspinnassa.

Jauhatuspinta 1 voidaan muodostaa edullisesti ruiskuttamalla grittejä ja sideainetta sopivassa suhteessa sisältävä seos alustalle. Kuvassa 2 on esitetty mikroskooppikuva wolframikarbidi – kobolttikromi –ruiskutuksella saaduista jauhatuspinnista. Gritit näkyvät vaaleina täplinä.

Partikkelit ovat mahdollisimman tasakokoisia, jolloin ruiskutus sopivalla ruiskutusmenetelmällä saa aikaan pinnan mikrokarheuden, joka määräytyy pääasiallisesti niiden grittien koon mukaan, jotka nousevat oleellisesti samalle tasolle pinnassa. Nyrkkisääntönä voidaan sanoa, että pinnankarheus Ra on noin puolet grittien partikkelikoosta.

Pienen partikkelikoon ansiosta yksittäisten partikkelien irtoaminen ei jätä suuria jauhatustehoa heikentäviä kuoppia jauhatuspintaan ja pinnankarheus pysyy samalla tasolla.

Tarvittaessa voidaan pinnankarheus pienentää halutulle tasolle kuluttamalla uusia pintoja toisiaan vastaan, esimerkiksi ajamalla jahatusraon läpi pelkkää vettä.

Ra-arvo mitataan tunnetulla menetelmällä neulaprofilometrillä, ja se on profiilin keskiarvoviivasta eroavien profiilinpoikkeamien absoluuttisten arvojen aritmeettinen keskiarvo.

Kuvassa 3 on esitetty edullinen syöttöratkaisu massan syöttämiseksi. Massaa jauhimeen syöttävänä pumppuna käytetään edullisesti vakioilavuus-



pumppua P, ja toisen jauhatuspinnan 1 alustana toimivaa kappaletta (esimerkiksi pyörivää roottoria) kuormitetaan jauhatusraon 2 sulkemisen suuntaan toimilaitteella A, joka saa aikaan tietyn voiman F. Pumppu P tuottaa paineesta riippumattoman vakioilavuusvirtauksen (jauhettavan massan tilavuus/aika). Voidaan käyttää tunnettuja vakioilavuuspumppuja, jotka toimivat syrjäytysperiaatteella, kuten mäntäpumppuja ja epäkeskoruuvipumppuja. Tällöin jauhettava massa tavallaan pakkosyötetään jauhimen (jauhatusraon) läpi. Näin saadaan tasainen, massan sakeus- ja jauhatusvaihteluista riippumaton läpivirtaus jauhimen jauhatusraon läpi ja tasainen vastavoima jauhatusraon sulkemaan pyrkivälle voimalle. Pumpun P tuottama vakioilavuusvirtaus on edullisesti säädettävä, eli asetettavissa halutulle tasolle, esimerkiksi syrjäytystilavuutta muuttamalla.

Toimilaitteen A aikaansaama kuormitus voi perustua paineilman tai nesteen paineeseen, jolloin kuormitus on mitattavissa suoraan mittaamalla tällaisen väliaineen paine. Tämä paine pyritään pitämään vakiona jauhatuksen aikana. Kuormittava toimilaite A voidaan kytkeä esimerkiksi jauhimen roottorin pyörivään akseliin tunnetuin mekaanisin ratkaisuin, joilla lineaariliike voidaan välittää akseliin.

Vakioilavuusvirtausperiaatteella suoritettu massansyöttö yhdistettynä rakoa sulkevaan voimaan ja riittävän sileisiin (matalan karheuden) pintoihin saadaan aikaan hyvin kapea ja tasainen rako ilman jauhatuspintojen suoraa kosketusta. Hetkelliset vaihtelut syötetyn massan ominaisuuksissa näkyvät lähinnä syötön painevaihteluina, mikä ei häiritse jauhatusta oleellisesti.

Yksi suure, jolla voidaan myös vaikuttaa jauhatustulokseen, on jauhatuspinnan liikenopeus, jota muuttamalla voidaan muuttaa massa tuodun jauhatusenergian määrää.

Kuvassa 3 esitetty järjestely voidaan toteuttaa myös useana rinnakkaisena jauhatusrakona 2 eli jauhatusvyöhykkeenä, joihin syötetään samasta lähteestä massaa omilla vakioilavuuspumpuilla P. Kutakin jauhatusrakoa voidaan sulkea omalla toimilaitteella A. Näin raot voidaan asettaa toisistaan riippumatta niin, että jauhatustulokset eri jauhatusraoissa ovat mahdollisimman samanlaiset.

- Jauhatukseen syötettävänä massana käytetään veden ja kuitumateriaalin seosta, jossa kuidut on erotettu toisistaan edeltävissä mekaanisen massan tai kemiallisen massan valmistusprosesseissa, joissa lähtöaineena on sopivimmin puuraaka-aine. Fibrillisellun valmistuksessa voidaan käyttää myös
- 5 muista kasveista peräisin olevia selluloosakuituja, joiden rakenteesta on erotettavissa selluloosafibrilleitä. Jauhettavan matalasakeuksisen massan sopiva sakeus on 1,5 – 4,5 %, sopivimmin 2 – 4 % (paino/paino). Massa on tällöin riittävän laimeaa, jotta lähtöainekuidut voidaan syöttää tasaisesti ja riittävän turvonneina niiden avaamiseksi ja fibrillien erottamiseksi.
- 10 Syötettävän massan selluloosakuidut voivat olla myös entsymaattisesti tai kemiallisesti esikäsiteltyjä, esimerkiksi hemiselluloosan määrän pienentämiseksi. Selluloosakuidut voivat olla myös kemiallisesti modifioituja, jolloin selluloosamolekyyleissä on alkuperäiseen selluloosaan verrattuna muita funk-
- 15 tionaalisia ryhmiä. Tällaisia ryhmiä on mm. karboksyyli-ryhmät tai kvaternäärinen ammonium (kationinen selluloosa).

Kuvaus menetelmällä aikaansaadusta tuotteesta.

- 20 Fibrillisellususpensio on ominaisuuksiltaan voimakkaasti leikkausoheneva geeli. Tyypillisesti sen viskositeettia mitatetaan Brookfieldviskometrillä. Kuitujen täydellinen fibrilloituminen tapahtuu energiankulutuksen funktiona ja fibrillisellun sisältämiä hajoamattomia kuituseinän palasten osuutta mitataan esimerkiksi Fiberlab-laitteella. Kuvassa 4 on esitetty valomikroskooppikuva
- 25 fibrillisellusta, jossa on nähtävissä erikokoisia fibrillejä.

- Esimerkkinä vakiotilavuussyöttöä hyväksikäyttäen valmistetusta fibrillisellusta on kuvissa 5 ja 6 esitetty sekä käsittelemättömistä sellukuiduista että kemiallisesti käsitellyistä sellukuiduista valmistettujen fibrillisellujen ominaisuuksien kehittyminen energiankulutuksen funktiona. Kuva 5 esittää käsittelemättö-
- 30 mistä sellukuiduista valmistettujen fibrillisellujen viskositeettiarvoja (Brookfield-viskositeetti 1,5 % sakeudessa) energiankulutuksen funktiona (ominaisenergia, SEC). Viskositeettiyksikkö on mPa.s ja energia-yksikkö kWh/kg Pisteillä ”Refiner” on merkitty menetelmällä saatuja tuloksia ja pisteillä ”Masuko” tunnetulla jauhimella saatuja tuloksia. Ku-
- 35 vassa 6 on esitetty kemiallisesti esikäsitellyistä selluista valmistettujen fibrillisellujen viskositeettiarvoja (Brookfield-viskositeetti 0,8 % sakeu-

nessa) energiankulutuksen funktiona. Yksiköt ovat samat kuin kuvassa 5. CM sellu tarkoittaa eri karboksimeityloituja selluja ja TEMPO sellu katalyyttisellä hapetuksella saatua, karboksyyli-ryhmiä sisältävää sellua.

5

Kuten kuvista näkyy, jauhatuksella voidaan saada fibrillisellua, jonka vesipohjaisen dispersion viskositeetti kasvaa ominaisenergian (energiankulutuksen) funktiona, eli jauhatukseen käytetyn ominaisenergian kasvaessa. Tuotteen viskositeetilla ja menetelmässä käytetyllä ominaisenergalla on siis positiivinen korrelaatio. On myös havaittu, että jauhatuksella saadaan fibrillisellua, jonka sameus ja kuitupartikkelien määrä alenee ominaisenergian (energiankulutuksen) funktiona.

10

15

Tyypillisesti menetelmässä pyritään massan matalasakeusjauhatuksella saamaan fibrillisellua, jonka Brookfield-viskositeetti 0,8 % sakeudessa mitattuna on vähintään 5000 mPa.s. Kun kysymyksessä on ennen jauhatusta katalyyttisesti hapetettu massa (karboksyyli-ryhmiä sisältävä selluloosa), esimerkiksi TEMPO-katalyytin avulla hapetettu, pyritään fibrilliselluun, jonka Brookfield-viskositeetti 0,8 % sakeudessa mitattuna on vähintään 15000 mPa.s. Saaduille vesipohjaisille fibrilliselludispersioille on korkean viskositeetin ohella ominaista myös ns. ”shear thinning”, leikkausohenevuus, eli viskositeetti laskee leikkausnopeuden kasvaessa.

20

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä fibrillisellun valmistamiseksi, jossa selluloosapohjaista kuitu-  
raaka-ainetta käsitellään mekaanisesti jauhatusraossa (2) fibrillien erottami-  
seksi, **tunnettu** siitä, että jauhettaviin kuituihin vaikutetaan jauhatusrakoa (2)  
5 rajaavassa jauhatuspinnassa (1) nousevien grittien (1a) aikaansaamalla pin-  
nankarheudella  $R_a$ , joka on alle  $3\ \mu\text{m}$ , edullisesti alle  $2\ \mu\text{m}$ , jolloin jauhettava  
massa syötetään jauhatusrakoon (2) käyttämällä vakiotilavuussyöttöä ja  
jauhatusraon (2) asettamiseksi käytetään rakoa sulkevaa voimaa.
- 10 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että jauhetta-  
viin kuituihin vaikutetaan jauhatusrakoa (2) rajaavissa molemmissa jauhatus-  
pinnoissa (1) nousevien grittien (1a) aikaansaamalla pinnankarheudella  $R_a$ ,  
joka on alle  $3\ \mu\text{m}$ , edullisesti alle  $2\ \mu\text{m}$ .
- 15 3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pin-  
nankarheus  $R_a$  jauhatuspinnassa tai jauhatuspinnoissa (1) on välillä  $0,5 - 1$   
 $\mu\text{m}$ .
- 20 4. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä,  
että jauhettavaa massaa syötetään rinnan useaan jauhatusrakoon (2), edulli-  
sesti käyttämällä vakiotilavuussyöttöä kuhunkin jauhatusrakoon.
- 25 5. Laitteisto fibrillisellun valmistamiseksi, jossa on jauhatuspinnat (1) ja niiden  
väliin muodostuva jauhatusrako (2) sekä elimet jauhettavan massan syöttä-  
miseksi jauhatusrakoon, **tunnettu** siitä, että jauhatusrakoa (2) rajaavalla jau-  
hatuspinnalla (1) on pinnassa nousevien grittien (1a) aikaansaama pinnan-  
karheus  $R_a$ , joka on alle  $3\ \mu\text{m}$ , edullisesti alle  $2\ \mu\text{m}$ , ja että elimet jauhettavan  
massan syöttämiseksi jauhatusrakoon on vakiotilavuuspumppu (P) ja  
30 laitteistoon kuuluu toimilaite (A) jauhatusraon (2) asettamiseksi toimilaitteen  
(A) tuottaman voiman avulla.
- 35 6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen laitteisto, **tunnettu** siitä, että molemmilla  
jauhatusrakoa (2) rajaavilla jauhatuspinnoilla (1) on pinnassa nousevien grit-  
tien (1a) aikaansaama pinnankarheus  $R_a$ , joka on alle  $3\ \mu\text{m}$ , edullisesti alle  $2$   
 $\mu\text{m}$ .

7. Patenttivaatimuksen 5 tai 6 mukainen laitteisto, **tunnettu** siitä, että jauhatuspinnan tai jauhatuspintojen (1) pinnankarheus Ra on välillä 0,5 - 1 µm.
- 5 8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen 5 - 7 mukainen laitteisto, **tunnettu** siitä, että jauhatuspinta tai jauhatuspinnat (1) on muodostettu grittien ja sideaineen ruiskutuksella alustalle.
- 10 9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen 5 - 7 mukainen laitteisto, **tunnettu** siitä, että siinä on useampia jauhatusraon (2) muodostamia jauhatusvyöhykeitä ja elimet massan syöttämiseksi rinnan eri vyöhykeille.
- 15 10. Fibrillisellutuote, joka on valmistettu jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukaisella menetelmällä tai jonkin patenttivaatimuksen 5-9 mukaisella laitteistolla.
- 20 11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen fibrillisellutuote, **tunnettu** siitä, että fibrillisellutuotteen viskositeetilla ja jauhatuksen ominaisenergialla on positiivinen korrelaatio siten, että viskositeetti kasvaa jauhatukseen käytetyn ominaisenergian kasvaessa, ja että tuote on kemiallisesti modifioitu fibrillisellutuote, jonka Brookfield-viskositeetti 0,8% sakeudessa on vähintään 15000 mPa.s.

Patentkrav:

1. Förfarande för tillverkning av fibrillerad cellulosa, varvid cellulosabaserat fiberråmaterial behandlas mekaniskt i en malningsspalt (2) för avskiljande av fibriller, **kännetecknat** av att fibrerna som skall malas påverkas av en ytråhet Ra vilken åstadkoms genom hårda partiklar (1a) som uppstår i malningsytan (1) som avgränsar malningsspalten (2), och vilken ytråhet är mindre än 3 µm, företrädesvis mindre än 2 µm, varvid massan som skall malas matas in i malningsspalten (2) genom att använda inmatning med konstant volym, och för insättning av malningsspalten (2) används en kraft som tillsluter spalten.
2. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** av att fibrerna som skall malas påverkas av en ytråhet Ra vilken åstadkoms genom hårda partiklar (1a) som uppstår i båda malningsytor (1) som avgränsar malningsspalten (2), och vilken ytråhet är mindre än 3 µm, företrädesvis mindre än 2 µm.
3. Förfarande enligt patentkrav 1 eller 2, **kännetecknat** av att ytråheten Ra hos malningsytan eller malningsytorna (1) är mellan 0,5–1 µm.
4. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** av att massan som skall malas matas in i flera parallella malningsspalter (2), företrädesvis genom att använda inmatning med konstant volym i varje malningsspalt.
5. Anordning för framställning av fibrillerad cellulosa, vilken omfattar malningsytor (1) och en mellan dem uppstående malningsspalt (2), samt medel för inmatning av massa som skall malas in i malningsspalten, **kännetecknad** av att malningsytan (1) som begränsar malningsspalten (2) har en ytråhet Ra vilken åstadkoms genom hårda partiklar (1a) som uppstår i ytan och vilken ytråhet är mindre än 3 µm, företrädesvis mindre än 2 µm, och att medlen för inmatning av massa som skall malas i malningsspalten är en pump med fast displacement (P), och anordningen omfattar ett ställdon (A) för inställning av malningsspalten (2) med en kraft som genereras av ställdonet (A).
6. Anordning enligt patentkrav 5, **kännetecknad** av att båda malningsytor (1) som begränsar malningsspalten (2) har en ytråhet Ra vilken åstadkoms

genom hårda partiklar (1a) som uppstår i ytan, och vilken ytråhet är mindre än 3 µm, företrädesvis mindre än 2 µm.

7. Anordning enligt patentkrav 5 eller 6, **kännetecknat** av att ytråheten Ra hos malningsytan eller malningsytorna (1) är mellan 0,5–1 µm.

8. Anordning enligt något av patentkraven 5–7, **kännetecknad** av att malningsytan eller malningsytorna (1) är anordnade genom sprutning av hårda partiklar och bindemedel på ett underlag.

10

9. Anordning enligt något av patentkraven 5–7, **kännetecknad** av att den omfattar flera malningszoner som består av en av malningsspalt (2), samt medel för inmatning av massa parallellt till de olika zonerna.

15 10. Produkt av fibrillerad cellulosa, vilken är tillverkad med ett förfarande enligt något av patentkraven 1–4 eller med en anordning enligt något av patentkraven 5–9.

20 11. Produkt av fibrillerad cellulosa enligt patentkrav 10, **kännetecknad** av att viskositeten hos produkten av fibrillerad cellulosa och den specifika energin vid malningen har en positiv korrelation så att viskositeten ökar när den specifika energin som använts för malning ökar, och att produkten är en kemiskt modifierad produkt av fibrillerad cellulosa, vars Brookfield-viskositet i en konsistens på 0,8 % är minst 15000 mPa.s.

25

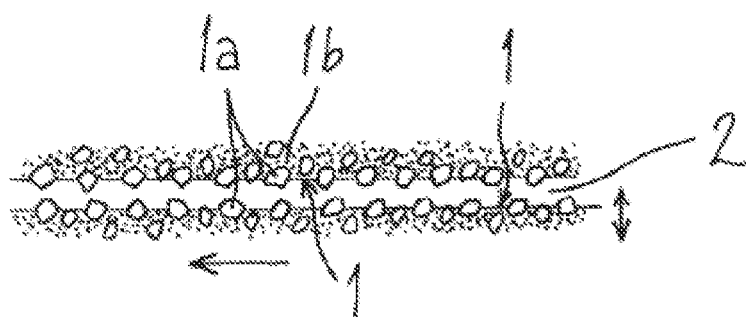


Fig. 1

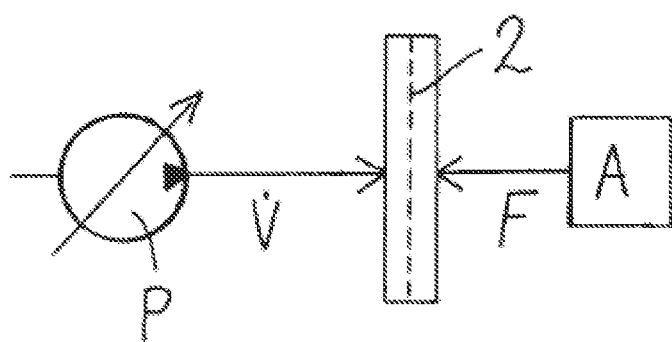


Fig. 3



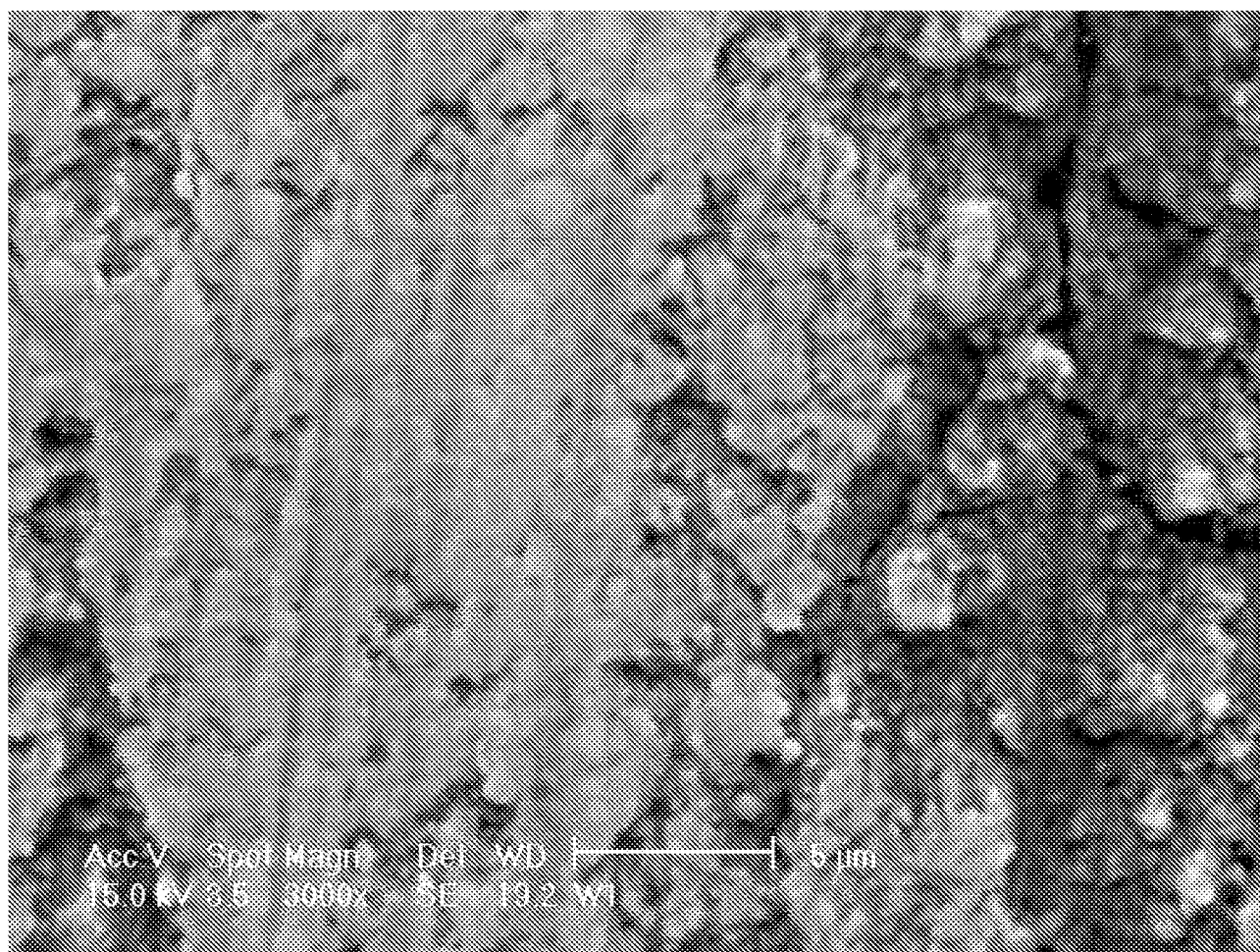


FIG. 2

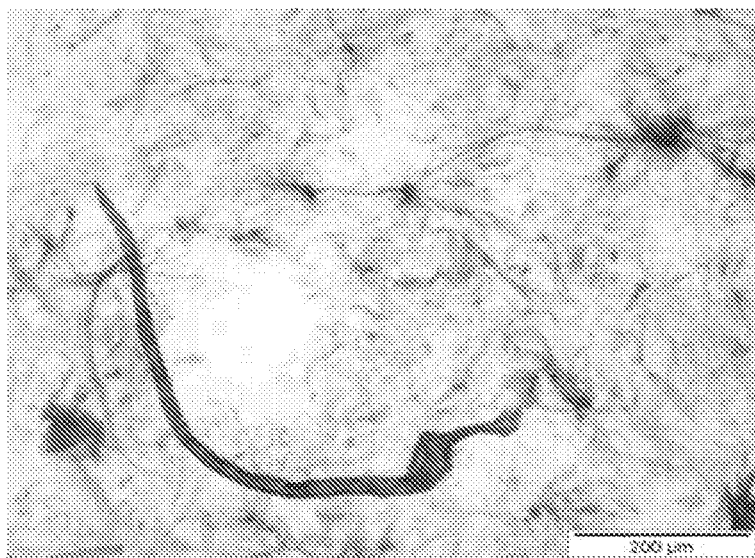


Fig. 4

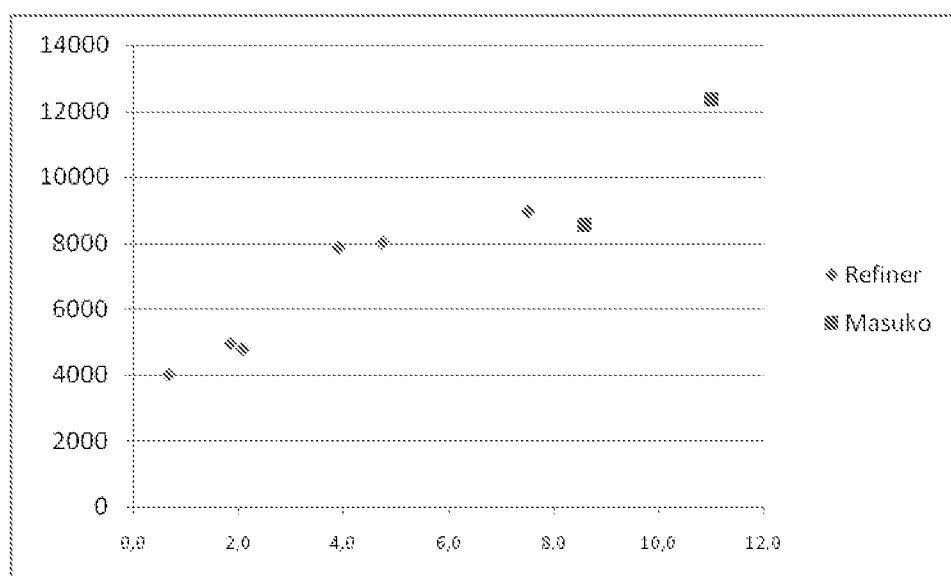


Fig. 5

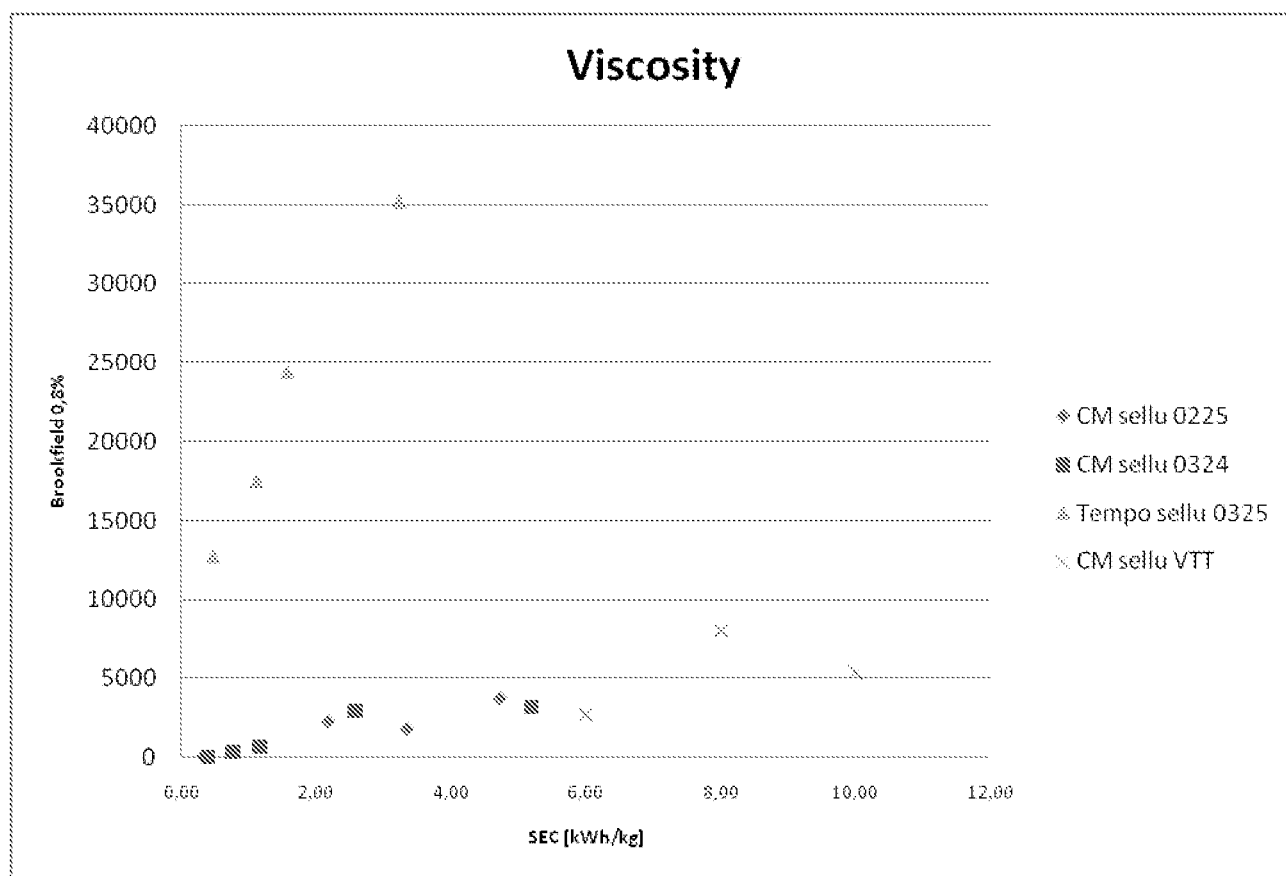


Fig. 6