



SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 63433

- C (45) Patentti myönnetty 10 06 1983
Patent meddelat
- (51) Kv.lk.³/Int.Cl.³ C 08 J 3/02, C 09 J 3/26
// D 21 H 3/34, C 08 L 93/00
- (21) Patentihakemus — Patentansöknings 1586/74
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 23.05.74
(23) Alkuperäisyys — Giltighetsdag 23.05.74
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 24.11.75
(44) Nähtävöksiäminen ja kuuljulkaisun pvm. —
Ansökan utlagd och utskriften publicerad 28.02.83
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet

(71) Hercules Incorporated, Wilmington, Delaware 19899, USA(US)

(72) Paul Harwood Aldrich, Greenville, Delaware, USA(US)

(74) Oy Heinänen Ab

(54) Menetelmä oleellisesti stabiilin vesidisersion valmistamiseksi kolofoniin perustuvasta aineesta - Förfarande för framställning av en väsentligen stabil vattendispersion av ett på kolofon baserat material

Tämän keksinnön kohteena on menetelmä oleellisesti stabiilin vesidisersion valmistamiseksi kolofoniin perustuvasta aineesta, joka soveltuu käytettäväksi sellukuitujen liimaamiseen paperin valmistuksen yhteydessä, jossa menetelmässä homogenoidaan painetta, lämpöä sekä anionista dispergointiainetta käyttäen epästabiilia vesidispersiota, joka sisältää ainakin 10 painoprosenttia kiinteää ainetta, jossa on 0-85 % kolofonia ja 100-15 % kolofonin ja ryhmän $-C=C-C=O$ sisältävän happamen yhdisteen adduktioreaktiotuotetta mainitun happamen yhdisteen määrän ollessa noin 4-8 % kiinteän aineen kokonaismäärästä.

Keksinnön mukaisilla vesipitoisilla dispersioilla on käyttöä varsinkin liimatun paperin valmistuksessa, jossa alumiinisulfaattia tai senkaltaista saostavaa ainetta käytetään tavallisesti saostamaan kolofoniin perustuva aine kuiduille. Keksinnön mukaisia dispersioita voidaan käyttää massaliimauksessa ja

pintaliimauksessa. Massaliimauksessa dispersio ja alumiinisulfaatti lisätään soveliaimmin erikseen kuitujen vesipitoiseen suspensioon eri vaiheessa ennen arkinmuodostusta, ja pintaliimauksessa muodostettua paperiarkkia käsitellään tunnetuilla tavoilla vesipitoisilla dispersioilla liimatun paperin aikaansaamiseksi.

FI-patenttihakemuksesta 458/72 tunnetaan menetelmä, jossa kolofoni liuotetaan veteen sekoittumattomaan liuottimeen ja liuos saatetaan "öljy vedessä"-tyyppiseksi dispersioksi, minkä jälkeen liuotin poistetaan niin, että saadaan kolofonimateriaalin stabiili vesidispersio. Menetelmän epäkohtana on se, että liuottimen käyttö ja talteenotto muodostavat menetelmää monimutkaistavan, kustannuksia aiheuttavan työvaiheen, ja lisäksi menetelmästä on koitunut ympäristöhaittoja, joihin on ollut syynä liuottimen ja mahdollisesti myös tuotteen myrkyllisyys.

FI-patenttihakemuksessa 2329/74 on edelleen esitetty menetelmä stabiilin vesidisersion valmistamiseksi kolofoniin perustuvasta aineesta, jossa dispergointiaineena on käytetty alkyylibentseenisulfonaatin alkalimetalli- tai ammoniumsuolaa.

Tämän keksinnön tarkoituksena on muodostaa menetelmä stabiilin vesidisersion valmistamiseksi kolofoniin perustuvasta aineesta, jonka mukaan valmistetuilla dispersioilla saadaan paperituotteita, joilla on entistä parempi kestävyys veden ja vesipitoisen musteen tunkeutumista vastaan. Tunnusomaista keksinnölle on se, että dispersion homogeenointi suoritetaan 150-195^oC:n lämpötilassa käyttäen anionisena dispergointiaineena saippuaa, joka on saippuoitua kolofonia, saippuoitua kolofonin ja mainitun happamen yhdisteen adduktioreaktiotuotetta tai näiden seosta, kondensoidun naftaleenisulfonihapon suolaa, sulfomeripihkahapon dialkyyliesterin suolaa, rikkihapon alkyylipuoliesterin suolaa tai rikkihapon alkyylifenoksi(polyetyleenioksi)etanoliipuoliesterin suolaa.

Anioniset dispergointiaineet ovat ennestään tunnettuja alalla. Toteutettaessa keksintöä ensisijaisesti kysymykseen tuleva anioninen dispergointiaine on sellaisen kolofoniin perustuvan aineen saippua, esimerkiksi natriumsaippua, josta dispersio koostuu. Muista sopivista anionisista dispergointiaineista on kondensoituja naftaleenisulfonihapposuoloja saatavissa eri kauppanimillä,

joita ovat Tamol S.N. (Rohm & Haas Co.) ja Stepantan A (Stepan Cemical Co.). Sulfonimeripihkahappojen dialkyyliesterien suoloja käytettäessä alkyyliryhmiin kuuluvat sykloheksyyli, heksyyli, isobutyli, oktyyli, pentyyli ja tridekyyli. Rikkihapon puolialkyyliesterien suoloja käytettäessä alkyyliryhmässä saattaa olla 10-18 hiiliatomia. Rikkihapon alkyylifenoksi (polyetyleenioksi) etanolipuoliesterien suoloja käytettäessä ensisijaisesti tuleva alkyyliryhmä on nonyyliiryhmä, joka saadaan trimeroitessa propyleeniä. Polyoksietyleenipitoisuus voi olla keskimäärin 1-8 moolia moolia kohti, mutta keskimäärin 4 moolia on ensisijaisesti kysymykseen tuleva määrä.

Kuten yllä mainittiin, on ensisijaisesti kysymykseen tuleva anioninen dispergointiaine kolofoniin perustuvan aineen saippua tai suola. Näinollen keksinnön ensisijaisessa suoritusmuodossa on läsnä suhteellisen pieni määrä kolofoniin perustuvaa ainetta saippuana tai sen suolana, joka toimii anionisena dispergointiaineena. Siten tulee olemaan läsnä joko pieni määrä saippuoitua kolofonia tai pieni määrä saippuoitua kolofonin adduktioreaktiotuotetta tai pieni määrä molempia. Läsnä olevan saippuoidun kolofoniin perustuvan aineen määrä laskettuna prosentteina saippuoitavien karboksyyliiryhmien määrästä on ensisijaisesti 4-10 %. Dispersion kiinteän aineen painosta on 0-85 % kolofonia ja 100-15 % kolofonin adduktioreaktiotuotetta, jolloin adduktioreaktioon osallistuneen happamen yhdisteen määrä on 4-8 % ja läsnä olevan saippuoidun kolofoniin perustuvan aineen määrä on laskettuna kolofoniin perustuvan aineen karboksyyliiryhmien prosentuaalisena saippuoitumisasteena on 4-10 %. Mukava tapa valmistaa pysymätön vesipitoinen dispersio on sekoittaa yhteen haluttu määrä vettä, haluttu määrä kolofoniin perustuvaa ainetta ja alkaalista ainetta kuten natriumhydroksidia tarvittavissa määrin niin, että muodostuu haluttu määrä saippuoitua kolofoniin perustuvaa ainetta.

Ei ole välttämätöntä, että saippuoitu kolofoniin perustuva aine muodostetaan paikalla. Se voidaan haluttaessa valmistaa ennen pysymättömän vesipitoisen dispersion valmistamista. Näin ollen pysymätön vesipitoinen dispersio voidaan esimerkiksi valmistaa sekoittamalla yhteen vettä, kolofoniin perustuvaa ainetta ja saippuoitua kolofoniin perustuvaa ainetta, kuten esimerkiksi natriumresinaattia, riittävässä määrin niin, että saadaan aikaan pysymätön vesipitoinen dispersio, joka sisältää aineosia yllä-

mainitut määrät. Tätä menettelytapaa käytetään käytettäessä muita anionisia dispergointiaineita. Esimerkiksi ennen homogenisointia valmistetaan pysymätön vesipitoinen dispersio sekoittamalla yhteen vettä, kolofoniin perustuvaa ainetta ja anionista dispergointiainetta.

Pysymättömän vesipitoisen dispersioiden valmistamisen jälkeen se kuumennetaan 150-195°C:een lämpötilaan. Haluttuun lämpötilaan tarvittavana aikana on syytä sekoittaa. Kuumennettu dispersio pannaan sitten erittäin voimakkaan hiertämisen alaiseksi, jolloin saadaan aikaan olennaisesti stabiili vesipitoinen dispersio. Hiertäminen suoritetaan mukavasti homogenisaattorilla. Kun kuumennetun seoksen annetaan kulkea ainakin kerran homogenisaattorin läpi 400-560 baarin paineessa, saadaan aikaan stabiili dispersio.

Jotkut hiukkaset saattavat muodostaa kasautumia, jotka voivat mahdollisesti laskeutua dispersiosta jonkin ajan kuluttua. Nämä voidaan haluttaessa helposti poistaa muuten stabiilista dispersiosta suodattamalla, dekantoimalla tai muilla tunnetuilla tavoilla.

Dispersiofaasissa olevat hiukkaset ovat suhteellisen pieniä ja niiden partikkelikoko on 0,01 mikronista 1 mikroniin. Ainakin 90 paino%:lla suspentoituneista hiukkasista on partikkelikoko pienempi kuin 0,5 mikronia.

Kun käytetään kolofonia kolofoniin perustuvan aineen osana, se voi olla mikä tahansa kaupallista tyyppiä oleva kolofoni, kuten havupuun hartsi, pihkahartsi, mäntyöljyhartsi tai näiden seos raaka-ainassa tai puhdistetussa muodossa. Voidaan käyttää myös osittain tai kokonaan hydrattuja kolofoneja sekä polymeroituja kolofoneja, samoinkuin kolofoneja, joita on käsitelty kiteytymisen estämiseksi, esimerkiksi lämpökäsittelyllä tai formaldehydireaktiolla, sekä näiden seoksia. Kolofonin ja -C=C-C=O- ryhmän sisältävän happamen yhdisteen adduktioreaktiotuote on tuloksena, kun annetaan kolofonin reagoida happamen yhdisteen kanssa 150-210°C:een lämpötiloissa. Näitten adduktiot tuotteiden valmistusta on selostettu ja kuvattu USA-patenteissa 2.628.918 ja 2.684.300. Näitä adduktioreaktituotteita nimitetään usein alalla Diels-Alder-reaktiotuotteiksi. Adduktioreaktiotuotteita nimitetään seuraavassa

"koloфонin adduktiotuotteiksi", "adduktiotuotteiksi" tai "vahvistetuksi koloфонiksi".

Esimerkkejä ryhmän $\text{-}\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}=\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}-\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}=\text{O}$ sisältävistä happamista yhdisteistä, joita voidaan käyttää valmistettaessa adduktiotuotteita, ovat α,β -tyydyttämättömät moniemäksiset hapot ja niiden tunnetut anhydritit, joista esimerkkejä ovat fumaarihappo, maleiinihappo, akryylihappo, maleiinihappoanhydridi, itakonihappo, itakonihappoanhydridi, sitrakonihappo ja sitrakonihapon anhydridi.

Adduktiotuotteen valmistamiseen käytetty koloфонi voi olla mitä tahansa kaupallista tyyppiä olevaa koloфонia, kuten havupuuhartsia, pihkahartsia, mäntyöljyhartsia tai niiden seosta raa'assa tai puhdistetussa muodossa. Hydrattuja koloфoneja, samoinkuinn koloфoneja, joita on käsitelty kiteytymisen estämiseksi, voidaan myös käyttää. Myös on mahdollista käyttää adduktiotuotetta, joka on adduktioreaktion jälkeen täysin hydrattu.

Sopivia alkaalisia aineita, jotka kykenevät muodostamaan suolan koloфонin ja koloфонin adduktiotuotteen kanssa, ovat tavalliset epäorgaaniset ja orgaaniset emäksiset aineet, joita käytetään muodostettaessa saippuoitu koloфонi tai koloфонin hapetustuote. Esimerkkejä näistä aineista ovat litiumhydroksidi, natriumhydroksidi, kaliumhydroksidi, litiumkarbonaatti, kaliumkarbonaatti, ammoniakki ja vesiliukoiset amiinit, kuten morfoliini, etyyliamiini, n-propyyliamiini ja n-butyliamiini. Etusijalla olevia alkaaleja ovat kalium- ja natriumhydroksidi.

Kuten yllä mainittiin, voidaan käyttää suoloja tai saippuoita, jotka ovat tuloksena koloфонin tai koloфонin adduktiotuotteen ja alkaalisen aineen välisestä reaktiosta valmistettaessa pysymättömiä vesipitoisia dispersioita. Samalla tavalla voidaan käyttää haluttaessa muita anionisia dispergointiaineita. Koloфонin natriumsaippua on esimerkiksi tällaisesta suolasta tai saippuasta ja se voidaan valmistaa lisäämällä kuumaa natriumhydroksidin vesiliuosta suolaan koloфонiin ja pitämällä reaktioseoksen lämpötila n. 110°C :ssa, kunnes reaktio on kulunut loppuun.

Koloфонiin perustuvat aineet, joista dispersio koostuu, voivat olla peräisin samasta koloфонilähteestä tai eri koloфонilähteestä. Näin koloфонikomponentti saattaa esimerkiksi olla seos, jossa on täysin hydrattua havupuun hartsia ja puhdistamatonta havupuun

hartsia, ja adduktiotuotekomponentti voi olla puhdistamattoman havupuuhartsin ja fumaarihapon adduktiotuote, ja saippuoitu aine, joka toimii dispergoivana aineena, voi olla pihkahartsin natrium-suola. Toisena esimerkkinä kolofonikomponentti voi olla mäntyöljyharts, adduktiotuotekomponentti voi olla havupuuhartsin ja maleiinihapon anhydridin adduktiotuote ja saippuoitu aine voi olla mäntyöljyhartsin kaliumsuola tai -saippua. Vielä eräänä esimerkkinä voi kolofonikomponentti olla osittain hydrattu havupuuhartsin ja mäntyöljyhartsin seos, adduktiotuotekomponentti voi olla osittain hydratun havupuuhartsin seos, adduktiotuotekomponentti voi olla osittain hydratun havupuuhartsin ja fumaarihapon adduktiotuote ja saippuoitu aine voi olla hydratun havupuuhartsin kaliumsuola. Komponenttien muut erilaiset yhdistelmät ovat alan ammattimiehelle itsestään selviä.

Saippuoidun aineen määrä, so. kolofonin suolan ja/tai kolofonin adduktiotuotteen suolan määrä vesipitoisessa suspensiossa, joka toimii dispergointiaineena, on sellainen, että se saa aikaan halutun stabiilin dispersion. Läsä olevan saippuoidun aineen määrä ilmaistaan prosenttina alunperin läsnäolleiden karboksyyli (-COOH)-ryhmien kokonaismäärästä, jotka ovat reagoineet muodostaen suolan eli saippuan, esimerkiksi natrium-suolan (-COONa). Mukavuussyistä tämä arvo esitetään esimerkeissä saippuoitumisasteena. Esimerkeissä ilmoittaa esimerkiksi 4 %:n saippuoitumisaste, että alkuperäisistä karboksyyli-ryhmistä 4 % on reagoinut tai saippuoitunut alkalien kanssa. Saippuoitumisaste vaihtelee sopivimmin 4-10 %:n rajoissa. Niissä hapoissa, joista kolofoni koostuu, on yksi saippuoitavissa oleva karboksyyli-ryhmä. Siinä tapauksessa, että kolofoni on reagoinut happamen yhdisteen kanssa, kuten yllä selostettiin, kolofonin adduktiotuotteen eli vahvistetun kolofonin aikaansaamiseksi, reaktiotuotteessa on lisäksi muita karboksyyli-ryhmiä, jotka ovat peräisin reagoineesta happamasta yhdisteestä.

Seuraavissa esimerkeissä kaikki osat ja prosentit on laskettu painosta, jollei muuta ole ilmoitettu.

Esimerkki 1 kuvaa kolofonin adduktiotuotteen valmistusta.

Esimerkki 1

160 osan fumaarihappoa annetaan reagoida korotetussa lämpötilassa sulan mäntyöljyhartsin kanssa (840 osaa). Fumaarihappo liuottaa sulan mäntyöljyhartsin ja muodostaa sen kanssa reaktioseoksen. Reaktioseoksen tai -tuotteen annetaan jäähtyä huoneen lämpötilaan (n. 23°C), kun kaikki fumaarihappo on reagoinut mäntyöljyhartsin kanssa. Reaktioseos on seos, joka käsittää reagoimatonta kolofonia ja kolofoni-fumaarihapporeaktiotuotetta eli adduktiotuotetta. Reaktiotuote sisältää 16 %:a fumaarihappoa, josta lähes kaikki on reagoinut. Reaktiotuotteen happoluku on 240.

Seuraavat esimerkit kuvaavat keksintöä, jossa käytetään anionisena dispergointiaineena kolofoniin perustuvan aineen saippuaa.

Esimerkki 2

N. 850 osaa tislattua hydrattua havupuuhartsia, n. 510 osaa esimerkiksi 1 mukaista adduktiotuotetta, 5280 osaa vettä ja 160 osaa 10 %:sta vesipitoista natriumhydroksidia sekoitetaan ja kuumennetaan 170°C :n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin saadaan dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevan dispersion kiinteän aineen pitoisuus on n. 16,4 % ja sillä on hyvä stabiilisuus. N. 6 %:a kiinteän aineen painosta on hapettunutta fumaarihappoa. Saippuoitumisaste on 7,2 %.

Esimerkki 3

N. 850 osaa tislattua hydrattua havupuuhartsia, n. 510 osaa esimerkin 1 mukaisesti valmistettua adduktiotuotetta, 5215 osaa vettä ja 225 osaa 10 %:sta vesipitoista natriumhydroksidia sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C :n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin saadaan aikaan dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevalla dispersiolla on hyvä stabiilisuus ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 18,4 %. N. 6 %:n kiinteän aineen määrästä on fumaarihappoa. Saippuoitumisaste 10 %.

Esimerkki 4

63433

N. 800 osaa havupuuhartsia, n. 510 osaa esimerkin 1 mukaisesti valmistettua adduktiotuotetta, 5300 osaa vettä, 140 osaa konsentroitua NH_4OH (noin 29 % NH_3) sekoitetaan ja kuumennetaan n. 175°C :n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin saadaan dispersiota, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevan dispersion stabiilisuus on hyvä ja sen kiinteän aineen pitoisuus on 18,4 %. N. 6 %:a kiinteän aineen määrästä on reagoanut fumaarihappoa. Saippuoitumisaste 7,1 %.

Esimerkki 5

N. 1275 osaa havupuuhartsia, n. 765 osaa esimerkin 1 mukaisesti valmistettua adduktiotuotetta, 4414 osaa vettä ja 244 osaa 10 %:sta vesipitoista natriumhydroksidia sekoitetaan ja kuumennetaan n. 175°C :n lämpötilaan. Tuloksena oleva seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevan dispersion stabiilisuus on hyvä ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 16,9 %. N. 6 % kiinteästä aineesta on reagoanut fumaarihappoa. Saippuoitumisaste on 7,1 %.

Esimerkki 6

N. 1024 osaa 6 %:sta formaldehydillä käsitellyn mäntyöljyhartsin fumaarihappoadduktiotuotetta, 5523 osaa vettä ja 253 osaa 10 %:sta vesipitoista natriumhydroksidia sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C :n lämpötilaan. Tuloksena oleva seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevan dispersion stabiilisuus on hyvä ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 14,3 %. N. 6 % kiinteästä aineesta on reagoanut fumaarihappoa. Saippuoitumisaste on 15 %.

Kunkin esimerkin 2, 3, 4 ja 6 vesipitoisen suspension liimausteho kokeiltiin valmistamalla käsiarkkeja, joihin käytettiin eri määriä liiman kiintoainetta. Käsiarkkien valmistamiseksi suspentoitiin Rayonier'in valkaistua sulfaattisellua standardin mukaiseen kovaan veteen ja jauhettiin 750 ml:aan S-R-freeness asteeseen

Noble-Wood-jauhimesta. Liimalisäykset tehtiin 2 litran annoksiin jauhettua sulppua, joka oli laimennettu 2,5 paino%:iin kiinteätä ainetta. Riittävä määrä alumiinisulfaattia lisättiin kuhunkin liimattuun sulppumäärään, niin että pH oli n. 4,5 ja sulppu laimennettiin sitten sakeuteen 0,27 % annostelijassa käyttäen rikkihappoa sisältävää alumiinisulfaattilaimennusvettä.

Laimennusvesi valmistettiin pienentämällä veden pH keskimääräiseen kovuuteen 5,0 rikkihapolla, jonka jälkeen lisättiin alumiinisulfaattia, niin että saatiin 5 ppm liukenevaa alumiinia. Annostelijan 1 litran massalietteen laimennettiin edelleen laimennusvedellä arkkimuotin sakeuteen 0,025 %, niin että muodostui 18 kg:n pintapainoinen (24" x 36" - 500 arkki) käsiarkki Noble-Wood-ariikkimuotissa. Käytettiin suljettua kiertoa o-vedelle. Muodostetut arkit märkäpuristettiin 33 %:n kiinteän aineen pitoisuuteen ja kuivattiin sitten 116°C:ssa ja 50 %:n höyrösynterikuivaajassa. Kaikkia käsiarkkeja ilmastoitiin kaksi päivää 22°C:ssa ja 50 %:n suhteellisessa kosteudessa ja testattiin näissä olosuhteissa. Tunkeutumiskestävyys koemuksella no 2 määritettiin käyttämällä Hercules Sizing Testeriä. Sitä aikaa, joka tarvitaan musteen tunkeutumiseksi, niin että valonheijastuvuus pienenee 80%:iin arkin alkuperäisestä arvosta, käytetään edustamaan liimausastetta.

Allaolevassa taulukossa 1 esitetään fotometriliimaustulokset liimausesimerkeistä, joissa liimakonsentraatio oli 0,5 %. Liimakonsentraatio ilmoitetaan painosta ja se perustuu kuivan massan painoon. Näinollen esimerkiksi 0,5 %:n konsentraatio tarkoittaa, että 0,5 paino-%:a vesipitoisen suspension kiinteän aineen määrästä, joka perustuu kuivan massan painoon, lisätään.

TAULUKKO

Liimausesimerkki	Fotometriliimaustulos liimakonsentraation funktiona
	<u>0,5 %</u>
2	124
3	115
4	132
6	121

Kuten yllä mainittiin, voidaan käyttää myös muita anionisia dispergointiaineita kuin kolofoniin perustuvia valmistettaessa tämän keksinnön mukaisia dispersioita. Tällaisen anionisen dispergointiaineen määrän yläraja on kriittinen, koska ylimäärällä saattaa olla vastakkainen vaikutus liimaukseen ja se voi vaihdella kunkin dispergointiaineen vaikutuksen mukaan. Voidaan käyttää niinkin paljon kuin 5 %:a (laskettuna kolofoniin perustuvan aineen määrän mukaan) dispergointiainetta, vaikka ensisijaisesti 2,5 %:a on yläraja. Alaraja on sellainen, joka antaa stabiilin dispersion 0,1-1 mikronin partikkelikoolla. Minimimäärä tälle vaatimukselle on n. 0,25 %, vaikka useimmissa tapauksissa 0,4 % antaa parempia tuloksia. Kun dispergointiainetta käytetään yhdessä kolofoniin perustuvan dispergointiaineen kanssa, voidaan käyttää niinkin pientä määrää kuin 0,1 %:a.

Seuraavat esimerkit valaisevat muiden anionisten dispergointiaineiden käyttöä.

Esimerkki 7

N. 1024 osaa 6 %:sta formaldehydikäsitellyn mäntyöljyhartsin fumaarihappoadduktiotuotetta, 5749 osaa vettä ja 27 osaa ainetta Tamol SN (kondensoidun naftaleenisulfonihapon natrium-suola) sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C:n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevalla dispersiolla on hyvä stabiilisuus ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 14,5 %.

Esimerkki 8

N. 1024 osaa 6 %:sta formaldehydikäsitellyn mäntyöljyhartsin fumaarihappoadduktiotuotetta, 5744 osaa vettä ja 32 osaa ainetta Duponol ME (natriumlauryylisulfaatti, Du Pont Co..) sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C:n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevalla dispersiolla on hyvä stabiilisuus ja kiinteän aineen pitoisuus on n. 15 %.

Esimerkki 9

63433

N. 1024 osaa 6 %:sta formaldehydikäsitellyn mäntyöljyhartsin fumaarihappoadduktiotuotetta, 5712 osaa vettä ja 64 osaa ainetta Aerosol OT (natriumsulfomeripihkahapon dioktyyliesteri, American Cyanamid) sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C:n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevalla dispersiolla on hyvä stabiilisuus ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 14 %.

Esimerkki 10

N. 1024 osaa 6 %:sta formaldehydikäsitellyn mäntyöljyhartsin fumaarihappoadduktiotuotetta, 5271 osaa vettä ja 55 osaa ainetta Alipal CO 436 (58 %:inen alkyylifenoksipolyetyleenioksietanolin sulfaattiesterin ammoniumsuola, GAF Corp.) sekoitetaan ja kuumennetaan n. 170°C:n lämpötilaan. Tuloksena oleva kuuma seos johdetaan homogenisaattorin läpi 210 baarin paineessa, jolloin muodostuu dispersio, joka myöhemmin jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tuloksena olevalla dispersiolla on hyvä stabiilisuus ja sen kiinteän aineen pitoisuus on n. 14,5 %.

Esimerkkien 7-10 vesipitoisten suspensioiden liimaustehon määrittämiseksi suoritettiin pintaliimauskokeita käyttäen valkaistua sulfaattipaperia (18 kg per 500 arkkiä, koko 24" x 36"), joka oli tehty pH:ssa 6,5 ja lisäämällä alumiinisulfaattia 0,5 %. Arkkeja käsiteltiin pienellä laboratorioliimauspuristimella, jonka puristuskohtaan tuotiin vesipitoista suspensiota, joka oli laimennettu 0,29 %:seksi. Paperiarkit johdettiin liuoksen läpi, ennenkuin niitä puristettiin liimapuristimen teloilla. Näissä olosuhteissa arkit ottivat itseensä n. 70 %:sesti painostaan liimapuristimen liuosta antaen 0,2 %:a liimaa arkkiin. Liimatut arkit kuivattiin n. 20 sekunnin ajan laboratoriorumpukuivaajassa, jonka pintalämpötila oli n. 93°C. Arkkeja seistettiin 4 päivää ja testattiin käyttäen Hercules Sizing Testin koeliuosta no 2 80 %:n heijastuvuuteen. Seuraavassa taulukossa tulokset.

Liimausesimerkki

Hercules Sizing Testi-tulokset
sekunneissa

7	121
8	101
9	118
10	94

63433

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä oleellisesti stabiilin vesidisersion valmistamiseksi kolofoniin perustuvasta aineesta, joka soveltuu käytettäväksi sellukuitujen liimaamiseen paperin valmistuksen yhteydessä, jossa menetelmässä homogenoidaan painetta, lämpöä sekä anionista dispergointiainetta käyttäen epästabiilia vesidispersiota, joka sisältää ainakin 10 painoprosenttia kiinteää ainetta, jossa on 0-85 % kolofonia ja 100-15 % kolofonin ja ryhmän $-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$ sisältävän happamen yhdisteen adduktioreaktiotuotetta mainitun happamen yhdisteen määrän ollessa noin 4-8 % kiinteän aineen kokonaismäärästä, t u n n e t t u siitä, että homogenointi suoritetaan $150-195^{\circ}\text{C}$:n lämpötilassa käyttäen anionisena dispergointiaineena saippuaa, joka on saippuoitua kolofonia, saippuoitua kolofonin ja mainitun happamen yhdisteen adduktioreaktiotuotetta tai näiden seosta, kondensoidun naftaleenisulfonihapon suolaa, sulfomeripihkahapon dialkyyliliesterin suolaa, rikkihapon alkyylipuoliesterin suolaa tai rikkihapon alkyylifenoksi(polyetyleenioksi)-etanolipuoliesterin suolaa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että anionisena dispergointiaineena käytetään saippuaa, joka on saippuoitua kolofonia, saippuoitua kolofonin ja mainitun happamen yhdisteen adduktioreaktiotuotetta tai näiden seosta ja jonka määrä laskettuna kolofoniin perustuvan aineen karboksyyli-ryhmien prosentuaalisena saippuoitumisasteena on 4-10 %.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että anionisen dispergointiaineen määrä on 0,4-2,5 %.

PATENTKRAV

1. Förfarande för framställning av en väsentligen stabil vattendispersion av ett på kolofonium baserat material, vilket är lämpligt att användas för limning av cellulosafibrer vid papperstillverkning, i vilket förfarande man med användning av tryck, värme samt ett anjoniskt dispergeringsmedel homogeniserar en instabil vattendispersion, som innehåller åtminstone 10 viktprocent torrsubstans, vilken utgörs av 0-85 % kolofonium och 100-15 % av en adduktionsreaktionsprodukt av kolofonium och en sur förening, innehållande gruppen $-C=C-C=O$, varvid mängden av den nämnda sura föreningen är ca 4-8 % av den totala torrsubstansen, k ä n n e t e c k n a t av att förfarandet genomförs vid en temperatur av 150-195°C genom att som det anioniska dispergermedlet använda tvål som är förtvålade kolofonium, förtvålade adduktionsreaktionsprodukt av kolofonium och den nämnda sura föreningen eller en blandning av dessa, salt av kondenserad naftalensulfonsyra, salt av sulfobärnstensyrans-dialkylester, salt av svavelsyrans alkylhalvester eller salt av svavelsyrans alkylfenoxi(polyetylenoxi)etanolhalvester.

2 Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som det anioniska dispergermedlet används tvål, som är förtvålade kolofonium, förtvålade adduktionsreaktionsprodukt av kolofonium och den nämnda sura föreningen eller en blandning av dessa och vars mängd, räknat som procentualisk förtvålingsgrad hos karboxylgrupper i det på kolofonium baserade materialet, är 4-10 %.

3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att mängden av det anioniska dispergermedlet är 0,4-2,5 %.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia:-Offentliga finska patentansökningar: 2329/74, 458/72 (C 09 J 3/26).