
Octrooiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8002764**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Chemische mengsels geschikt als papierlijmmiddelen en werkwijze voor de bereiding daarvan.**
- ⑤1 Int.Cl³: D21H3/34.
- ⑦1 Aanvrager: Tenneco Chemicals, Inc. te Saddle Brook, New Jersey, Ver.St.v.Am.
- ⑦4 Gem.: Ir. H.M. Urbanus c.s.
Vereenigde Octrooibureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8002764.
- ②2 Ingediend 13 mei 1980.
- ③2 Voorrang vanaf 23 mei 1979.
- ③3 Land van voorrang: Groot-Brittannië (GB).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 7918031 .
- ②3 --
- ⑥1 --
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 25 november 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Chemische mengsels geschikt als papierlijmmiddelen en werkwijze voor de bereiding daarvan.

De uitvinding heeft betrekking op chemische mengsels op basis van hars (natuurhars, colofonium) en de reactieprodukten van hars met andere stoffen en heeft in het bijzonder betrekking op chemische mengsels die worden bereid uit stabiele dispersies van hars of op hars gebaseerde produkten en die zelf verkeren in de vorm van stabiele dispersies. De uitvinding heeft ook betrekking op een werkwijze voor het bereiden van de chemische mengsels volgens de uitvinding en op werkwijzen waarbij deze chemische mengsels worden gebruikt zoals voor het lijmen van papier.

Stabiele dispersies van hars of op hars gebaseerde produkten zijn bekend en worden reeds lang toegepast, in het bijzonder als lijmmiddelen voor de bereiding van papier. In deze beschrijving wordt de term "papier" gemakshalve gebruikt voor alle vormen van papier, karton en verwante produkten waarvan de vervaardiging het gebruik van een lijmmiddel op cellulose- of andere vezels met zich brengt. Papierlijmmiddelen worden gewoonlijk toegepast hetzij doordat ze worden toegevoegd aan de cellulose- of andere vezelmassa waaruit later een vlies wordt vervaardigd of dat zij worden aangebracht op het oppervlak nadat het vlies is gevormd. Lijmmiddelen op basis van hars zijn afhankelijk voor hun lijmend vermogen van de vorming van elektrostatische bindingen tussen het lijmmiddel en de cellulose- of andere vezels van de papiermassa of het vlies. Zeer doelmatige lijmmiddelen die recentelijk werden ontwikkeld omvatten vele soorten die bij gebruik chemische bindingen vormen en derhalve bekend zijn als "reactieve" lijmmiddelen. Een hoofdontwikkeling met lijmen van papier was de ontdekking dat reactieprodukten gevormd door hars of onverzadigde verbindingen aanwezig in hars enerzijds en onverzadigde carbonzuren of hun anhydriden anderzijds in het bijzonder maleïnezuur of fumaarzuur of maleïnezuuran-

hydride een zeer sterk vergroot lijmeffect hebben vergeleken met
lijmmiddelen die in hoofdzaak bestonden uit dispersies van natuur-
hars zelf. Deze zogenaamde "gemaleëerde" harsprodukten en andere
verwante lijmmiddelen zijn tamelijk duur te bereiden en derhalve
5 werden zij vaak toegepast voor het versterken van de gebruikelijke
harsdispersies en niet voor het vervangen ervan en de verkregen
mengsels zijn gewoonlijk bekend als "versterkte lijmmiddelen".

In de praktijk zijn alle typen papierlijmmiddelen gewoon-
lijk in de vorm van stabiele dispersies en hun lijming wordt veroor-
zaakt door het afzetten van op hars gebaseerde materialen of andere
10 materialen op de vezelmasa of het papiervlies zodat het lijmen in
hoofdzaak het breken van de stabiele dispersie met zich brengt.
Dit kan geschieden bij contact tussen de emulsie en de massa of het
vlies, daar de laatste geschikt is om de stabiliteit van de disper-
sie te vernietigen. Echter vindt een geschikt lijmen gewoonlijk
15 niet plaats door enkel contact van het papierlijmmiddel met de pa-
piermasa of het vlies en is de aanwezigheid vereist van een toe-
gevoegd reactiemiddel om de dispersie te breken en om ervoor te
zorgen dat de gewenste afzetting van lijmcomponenten op de vezels
20 van de papiermasa of vlies plaats vindt. Verreweg is het gebruike-
lijkste middel aluminiumsulfaat, dat bijzonder doelmatig is zowel
vanwege zijn zuur karakter als vanwege de doelmatigheid van het
aluminiumion als uitvlokmiddel. In feite zullen de meeste lijmmid-
delen bij gebruik stabiel blijven bij aanwezigheid van cellulose-
25 vezels, doch zullen worden gedestabiliseerd bij aanwezigheid van
aluminiumsulfaat omdat het laatstgenoemde reactiever is dan cellu-
lose.

Als gevolg daarvan dient een belangrijke mate van vaardigheid
te worden uitgeoefend bij de vervaardiging van papier om ervoor te
30 zorgen, dat de papiermasa het lijmmiddel en het aluminiumsulfaat
bijeën worden gebracht in de vereiste onderlinge hoeveelheden en
onder zodanige omstandigheden, dat een optimale lijming wordt ver-
kregen. In het bijzonder kunnen moeilijkheden optreden bij het ver-
zekeren dat de juiste hoeveelheid aluminiumsulfaat wordt toegevoegd
35 overeenkomstig de aard en de eigenschappen van de speciale papier-

5 massa en het speciaal gebruikte lijmmiddel. In plaats dat tenminste twee materialen aan de papiermassa moeten worden toegevoegd nl. het lijmmiddel en aluminiumsulfaat zou het uiteraard een aanzienlijk voordeel zijn indien het lijmmiddel en het aluminiumsulfaat of in het algemeen al de materialen die aan de massa dienen te worden toegevoegd, tot een enkel mengsel konden worden gecombineerd. Niet slechts zou dit kunnen worden samengesteld dat het de meest geschikte hoeveelheid aluminiumsulfaat voor de aanwezige lijmcomponenten zou bevatten doch ook de meest doelmatige en daarom meest economisch gebruikte van alle materialen zou plaats vinden. Men heeft lang gedacht dat dit zeer begerenswaardige doel niet kon worden bereikt met uitzondering misschien slechts in bepaalde enigszins exceptionele gevallen vanwege de fundamentele onverdraagzaamheid van lijmmiddelen en aluminiumsulfaat. Daar het basisdoel van laatstgenoemde verbinding is de stabiliteit van het eerste te vernietigen wordt niet verwacht, dat een enkel mengsel de beide zou kunnen combineren en in een stabiele en bruikbare toestand zou kunnen blijven.

20 De onderhavige uitvinding is gebaseerd op de verrassende ontdekking, dat vele chemische mengsels op basis van hars (natuurhars, colofonium) en reactieprodukten van hars met andere stoffen, welke chemische mengsels typisch zijn in de vorm van stabiele waterige emulsies, voor gebruik b.v. als papierlijmmiddelen, een verder en tot dusver niet vermoed reactiestadium ondergaan met aluminiumsulfaat na het aanvankelijk breken van de dispersie en dat blijvende roering van het verkregen mengsel leidt tot herstabilisatie in de vorm van een nieuw mengsel dat zowel de hars of de harsreactieprodukten van het oorspronkelijke chemische mengsel en het aluminiumsulfaat in wederkerig verdraagzame vorm bevat. Bovendien is ook ontdekt dat het verkregen mengsel niet alleen maar stabiel is doch wordt gedestabiliseerd wanneer het in aanraking wordt gebracht met cellulosevezels en andere vezels gebruikt voor de vervaardiging van papier. Een ander significant kenmerk is, dat de chemische mengsels volgens de uitvinding die bruikbaar zijn als "one-shot" papierlijmmiddelen vanwege de juist beschreven onverwachte eigenschappen pro-

teïneachtige en andere stabilisatoren kunnen bevatten en zelfs deze vormen van de chemische mengsels volgens de uitvinding zijn ook in staat om te worden gedestabiliseerd bij aanraking met cellulose-vezels en zijn aldus bereikbaar als zeer doelmatige "one-shot" papierlijmmiddelen, d.w.z. lijmmiddelen die werken bij toevoeging aan
5 massa of vlies zonder de hulp van enig ander materiaal.

Volgens één aspect van de uitvinding bevat een chemisch mengsel geschikt voor gebruik als papierlijmmiddel een harscomponent en een aluminiumsulfaatcomponent en eventueel een hoeveelheid stabiliserende component voldoende om het mengsel in een stabiele vorm
10 te handhaven. Bij voorkeur is de harscomponent afgeleid van een versterkte harsdispersie.

In haar ruimste vorm omvatten de mengsels volgens de uitvinding stabiele en homogene mengsels verkregen volgens een werkwijze, omvattend het mengen en roeren van de aluminiumsulfaatcomponent met
15 de harscomponent, waarbij laatstgenoemde typisch een dispersie is in een waterig medium en eerstgenoemde wordt toegevoegd in de vorm van een geconcentreerd waterige oplossing of zelfs in vaste poedervorm verkeert, en het roeren van het verkregen mengsel wordt voortgezet gedurende een tijd, die voldoende is om het mengsel weer in
20 een in hoofdzaak homogene en instabiele vorm te brengen.

Volgens een geprefereerd aspect van de werkwijze volgens de uitvinding wordt de bereiding van een chemisch mengsel uitgevoerd door het tezamen combineren van een harscomponent, een aluminiumsulfaatcomponent en een stabiliserende component door toevoeging
25 van een van dergelijke componenten aan een mengsel van de beide andere onder continu roeren waarna terwijl het roeren wordt voortgezet de pH van het verkregen driecomponentenmengsel wordt ingesteld door toevoeging van een alkali. Bij voorkeur wordt de aluminiumsulfaatcomponent toegevoegd aan een mengsel van de harscomponent en
30 de stabiliserende component.

De versterkte harsdispersie die bij voorkeur wordt toegepast als de harscomponent, is met voordeel een mengsel op harsbasis gekozen uit de produkten op de markt onder de handelsnamen "Bewoid",
35 "Bumal" en "Roscol". Produkten die zeer bevredigend zijn gebleken

als de beginharscomponenten bij het uitvoeren van de uitvinding, omvatten die welke de volgende kenmerken hebben:

- 5 (1) "Bewoid" R40X; dit produkt is een vrij-vloeiende witte versterkte harsdispersie, gestabiliseerd met caseïne en met 40 gew.% vaste stof. "Bewoid" R40X bezit een deeltjestraject van 0,25 - 1 μ maximaal, een Brookfield-viskositeit van 15 ± 5 cps bij 20°C, een zuurgetal van 61 ± 2 mg KOH/g en een schuimindex van $25 \pm 10\%$. De stabiliteit ervan wordt gedemonstreerd door het feit dat het niet kristalliseert gedurende tenminste 100 uren bij verwarmen op 55°C
- 10 in een afgesloten buis.
- (2) "Bewoid" R50X is een produkt van dezelfde algemene beschrijving als "Bewoid" R40X doch bevat 50 gew.% vaste stof. "Bewoid" R50X-dispersie bezit hetzelfde deeltjesgroottetraject, schuimindex en stabiliteit als R40X, doch in tegenstelling tot laatstgenoemde
- 15 bezit het een Brookfield-viskositeit van 40 ± 10 cps bij 20°C en een zuurgetal van 77 ± 2 mg KOH/g. Zowel "Bewoid" R40X als R50X worden bereid door het laten reageren van talloliehars met paraformaldehyde onder toepassing van paratolueensulfonzuur als een katalysator gevolgd door reactie met maleïnezuuranhydride. Daarna wordt een
- 20 dispersie bereid uit de hars met het zuur van kaliumcarbonaatoplossing en caseïneoplossing.
- (3) "Bumal" is een produkt in de vorm van een witte harsdispersie versterkt in grotere mate dan "Bewoid"-dispersie gestabiliseerd met caseïne en bevattend $45 \text{ gew.\%} \pm 1\%$ vaste stof. "Bumal"-harsdispersie bezit hetzelfde deeltjesgroottegebied, dezelfde schuimindex en stabiliteit als "Bewoid" R40X en R50X; zijn zuurgetal bedraagt
- 25 69 ± 2 mg KOH/g, en de Brookfield-viskositeit bedraagt 100 ± 10 cps.
- (4) "Roscol" is een met caseïne gestabiliseerde harsdispersie, die in hoofdzaak verschilt van de "Bewoid"- en "Bumal"-produkten
- 30 doordat zij een lager vaste-stofgehalte bezit ($30 \text{ gew.\%} \pm 1\%$) en een reactieprodukt is van hars met fumaarzuur.

De aluminiumsulfaatcomponent van de chemische mengsels volgens de uitvinding is inderdaad aluminiumsulfaat in een geschikte vorm voor gemakkelijk hanteren bij de bereiding van de mengsels.

35 Gewoonlijk wordt een waterige aluminiumsulfaatoplossing toegepast

het geschiktst in de vorm van een 20% 's gew./vol. oplossing, of-
schoon als boven vermeld poedervormig aluminiumsulfaat met succes
aan de harscomponent kan worden toegevoegd en het verkregen mengsel
wordt geroerd voor het bereiden van een nieuw en stabiel mengsel.

5 Het alkali dat bij voorkeur wordt toegepast voor het berei-
den van de mengsels volgens de uitvinding kan elk basisch materiaal
zijn dat geen negatieve invloed heeft op de andere bij de bereiding
toegepaste componenten zoals elke deskundige zal inzien, en dat in
een geschikte vorm voor gemakkelijk hanteren verkeert.

10 De stabiliserende component die eventueel in de chemische
mengsels volgens de uitvinding kan worden verwerkt, is geschikt
een der vele gebruikelijke mengsels. Als nader aangegeven in de
voorbeelden en andere delen van de verdere beschrijving, keuze van
de meest geschikte stabiliserende component, waar gebruikt, de volg-
15 orde waarin zij wordt gecombineerd met de andere componenten en an-
dere factoren, zoals zuurte of alkaliteit, kan van zeer groot be-
lang zijn voor het verkrijgen van een doelmatig en opslagstabiel
produkt. Geprefereerde materialen voor gebruik als de stabiliseren-
de component omvatten (1) gequaterniseerde en andere kationische
20 zetmeelsoorten, zoals de in de handel beschikbare produkten onder
de namen "Amisol-Q-Tac" en "Amisol", (2) niet-ionogene zetmeelsoor-
ten, zoals de produkten onder de handelsnaam "Globe"-zetmeel, en
(3) andere stabilisatoren waaronder produkten op zetmeelbasis, zo-
als maiszetmeelacetaat en componenten van de soort van het type
25 polyvinylpyrrolidon.

Opdat de uitvinding gemakkelijk wordt begrepen wordt de vol-
gende beschrijving gegeven die voorbeelden bevat van de bereiding
en het beproeven van lijmmiddelen omvattend chemische mengsels vol-
gens de uitvinding voor de vervaardiging van papier en voor verge-
30 lijkingsdoeleinden, voorbeelden voor de bereiding en het beproeven
van andere papierlijmmiddelen. Ofschoon het lijmen van papier een
hoofdtoepassing is van de mengsels volgens de uitvinding en de ont-
dekkingen waarop de uitvinding is gebaseerd, zijn voortgekomen uit
pogingen verbeterde papierlijmmiddelstelsels te bereiden, zal wor-
35 den ingezien dat de chemische mengsels volgens de uitvinding ook op

andere gebieden kunnen worden toegepast en dat de uitvinding niet is beperkt tot de bereiding en het gebruik van slechts papierlijmmiddelen.

De uitvinding is in hoofdzaak gebaseerd op ontdekkingen gedaan 5 samenhangend met de ontwikkeling van papierlijmmengsels die zowel een lijmmiddel als zodanig en het normaliter toegepaste aluminiumsulfaat bevatten gebruikt voor het neerslaan van het lijmmiddel bij de vervaardiging van papier. Ofschoon harsemulsies, die stabilisatoren en alkali bevatten, normaliter worden gebroken bij 10 aanraking met het aluminiumsulfaat werden onderzoeken verricht om vast te stellen of er omstandigheden waren waaronder het aluminiumsulfaat aan de harsemulsie zou kunnen worden toegevoegd zonder dat dit zou plaats vinden om een nieuw mengsel te bereiden dat zoals het oorspronkelijke lijmmiddel ook een stabiele harsdispersie 15 was en dat niettemin kon worden gebroken door aanraking met de vezels teneinde als een papierlijmmiddel te werken. Bij dit onderzoek zijn niet slechts deze omstandigheden vastgesteld doch is ook ontdekt, dat stabiele harsdispersies kunnen worden verkregen door toevoeging van aluminiumsulfaat aan aanvankelijk stabiele harsdispersies bij afwezigheid van eiwitachtige of andere stabilisatoren en 20 ook bij afwezigheid van toegevoegd alkali.

Voorbeeld I

Papierlijmmiddelen, die kationische stabilisatoren bevatten:

Dit voorbeeld illustreert de bereiding van een eerste 25 stabiele harsdispersie van een tweede stabiele harsdispersie die ook aluminiumsulfaat bevat, een kationische zetmeelstabilisator en toegevoegd alkali en die doelmatig is als een "one-shot"-lijmmiddel bij aanraking met papiervezelmasse.

Bereiding:

30 45 g "Bumal" versterkt harsdispersielijmmiddel werd geroerd bij 300 omw./min en terwijl dit roeren werd voortgezet werd eerst 200 cm³ van een 20% gew./vol. waterige aluminiumsulfaatoplossing toegevoegd gedurende 10 seconden en daarna werd 200 g van een 10%'s gew./gew. oplossing van een gequaterniseerd lage-viskositeit zetmeel 35 toegevoegd. De roersnelheid werd daarna verminderd tot 75 omw.

8002764

per minuut en 100 cm³ 10%'s gew./vol. waterig natriumhydroxydeoplossing werd toegevoegd terwijl het roeren bij 75 omw./min werd voortgezet gedurende 30 minuten.

5 Twee papierlijmmiddelen werden volgens deze techniek bereid één waarbij als het gequaterniseerde lage-viskositeits zetmeel werd gebruikt het produkt bekend als "Amisol-Q-Tac-Quaternary No.3" en het andere het kationische zetmeelprodukt, bekend als "Amisol (low viscosity) Quaternary No.2". Deze beide kationische zetmeelprodukten zijn op de markt gebracht door Corn Products Ltd.

10 De bereiding van deze lijmmiddelen illustreert de techniek waarbij eerst de aluminiumcomponent wordt opgenomen in de harslijmcomponent en vervolgens een stabiliserend middel wordt toegevoegd aan het verkregen tweecomponentenmengsel alvorens het alkali wordt toegevoegd aan het driecomponentenmengsel als laatste trap. Als de
15 eerste trap wordt uitgevoerd destabiliseert het aluminiumsulfaat de "Bumal"-dispersie, doch het voortgezet roeren gedurende de tweede en de eindtrap als de uitgekozen kationische zetmeelstabilisator en het alkali worden toegevoegd geeft tenslotte een glad homogeen produkt in de vorm van een stabiele emulsie.

20 Evaluatie:

Daar steeds een stabiele harsdispersie werd verkregen werd zij toegepast als lijmmiddel voor de vervaardiging van papierhandvellen. 0,34% hars gebaseerd op de droge vezel werd toegepast. De Cobb-waarden (TAPPI standaard 441) verkregen met deze papierhandvellen waren de volgende:

Veroudering van lijmprodukt	Stabilisator in lijmprodukt	
	Amisol-Q-Tac	Amisol
	Cobb	Cobb
24 uren	19	17
30 2 maanden	-	17
3 maanden	16	-

Voorbeeld II

Papierlijmmiddel onder toepassing van niet-ionogene stabilisator:

Bereiding:

35 De methode en de bestanddelen van voorbeeld I werden weer

toegepast met uitzondering dat een niet-ionogeen zetmeel (Globe) in plaats van elk der kationische zetmeelsoorten werd gebruikt. Weer werd bij voortgezet roeren een stabiel produkt verkregen in de vorm van een dispersie na oorspronkelijk destabiliseren van de "Bumal"-dispersie door de aluminiumsulfaatcomponent.

Evaluatie:

Wanneer toegepast als papierlijmmiddel voor de vervaardiging van papierhandvellen als beschreven in voorbeeld I gaf de harsdispersie met niet-ionogene zetmeelstabilisator Cobb-waarden van 50 na 24 uren en 56 na 3 maanden.

Voorbeeld III

Papierlijmmiddelen zonder toegevoegde stabilisatoren:

Dit voorbeeld toont dat een quaternair zetmeel of andere stabilisator die normaliter aanwezig is in de oorspronkelijke hars-emulsie niet van kritisch belang is voor de bereiding van de producten volgens de uitvinding daar bevredigende papierlijmmiddelen kunnen worden bereid die identiek zijn met die van voorbeeld I met uitzondering dat het zetmeel niet wordt toegepast.

Bereiding:

De volgende componenten werden gecombineerd in de vermelde volgorde:

	Hoeveel- heid	Droog gewicht
Versterkt harslijmmiddel (Bumal)	45 g	20,25 g
aluminiumsulfaat - 20% gew./vol.	200 cm ³	40 g
NaOH (molair)	100 cm ³	4 g

De toevoeging van NaOH gaf een eind-pH van 5,0.

Evaluatie:

De volgende Cobb-waarden werden verkregen bij het beproeven van papierhandvellen gelijmd met verschillende hoeveelheden van het verkregen produkt, vers bereid en na 40 uren.

	Droog gewicht hars/vezel %	Cobb-waarde	
		Na 0 uren	Na 40 uren
	0,32	-	121
	0,42	34	-
5	0,64	29	52
	0,96	26	35
-	1,6	-	32

Voorbeeld IV

10 Papierlijmmiddelen zonder toegevoegde stabilisatoren en met verminderd alkali:

Dit voorbeeld toont dat de lijmdoelmatigheid van de producten volgens de uitvinding is gerelateerd aan de eind-pH. Gevonden werd dat een produkt dat een pH heeft boven 4,7, bijvoorbeeld het papierlijmmiddel van voorbeeld III met een eind-pH van 5 kan worden gemodificeerd ter verkrijging van een dramatische toename in rendement door verlagen van de pH beneden 4,7.

Bereiding:

Voorbeeld III werd daartoe herhaald onder toepassing van minder alkali voor het bereiden van een eindprodukt met pH 3,9.

20 Evaluatie:

Door het vervaardigen van handvellen uit dit lijmmiddel en onder toepassing van een vezelmassa-pH van 6,55 werden de volgende Cobb-waarden verkregen:

	Veroudering van lijmprodukt (uren)	Cobb-waarde (droog gewicht hars/vezel)
25	0	17
	24	19
	48	19
	72	24
	100	24
30	1 maand	20

Men ziet dat de lagere pH van het lijmmiddel een aanzienlijk verschil maakt, dat ook van toepassing is op de kationische zetmeelgestabiliseerde papierlijmmiddelen volgens de uitvinding.

Voorbeeld V

Papierlijmmiddelen, die kationische stabilisatoren bevatten; volgorde van mengen van de componenten:

Dit voorbeeld illustreert dat de volgorde waarin de componenten van een lijmmiddel volgens de uitvinding worden gemengd van belang kan zijn. Een reeks bereidingen werd uitgevoerd in hoofdzaak gebaseerd op het gebruik van dezelfde componenten als beschreven in voorbeeld I. Bij het laatste werd de aluminiumsulfaatcomponent toegevoegd aan de harsdispersie en het stabiliseermiddel (b.v. een kationisch zetmeel) werd dan toegevoegd terwijl de toevoeging van alkali de eindtrap was.

Bereiding:

De volgende materialen werden toegepast:

45 g Bumal-harsdispersie
200 cm³ 20% gew./vol. waterige aluminiumsulfaatoplossing
200 g 10% gew./gew. zetmeel (b.v. Amisol-Q-Tac)
40 cm³ 10% gew./vol. natriumhydroxyde.

Steeds werd het alkali het laatst als in voorbeeld I toegevoegd; dit geeft daarom 12 mogelijke combinaties voor de andere componenten. Deze bestaan uit twee stellen mogelijkheden:
Reeks I - Het mengen van elke twee componenten tezamen en daarna toevoeging van de derde;
Reeks II - Het mengen van elke twee componenten tezamen en het toevoegen van dit mengsel aan de derde component.

Het mengen werd uitgevoerd met een glazen staaf of een roerder met lage snelheid. Het uiterlijk van de mengsels en de pH-waarden werden genoteerd op verschillende punten gedurende het mengen. De resultaten zijn beneden vermeld:

Reeks I

3e component toegevoegd aan mengsel van 1e en 2e component:

Componenten gemengd in beker	Naderhand toegevoegde component	Opmerkingen
(i) aluminiumsulfaat toegevoegd aan Bumal	zetmeel	Dit is het preparaat toegepast in voorbeeld I. Bumal vlokke uit toen het aluminiumsulfaat

	pH 3,4	pH 3,3	werd toegevoegd, maar werd ge- herdispergeerd; zetmeel mengde gemakkelijk zoals alkali. eind-pH 3,9
(ii)	zetmeel toe- gevoegd aan Bumal	Aluminiumsul- faat	Bumal mengde gemakkelijk met zetmeel. Ondergeschikte uitvlok- king toen aluminiumsulfaat werd toegevoegd. Alkali mengde ge- makkelijk; eindmengsel viskeu- zer dan (i) maar ook bevredig- gend. eind-pH 3,7
	pH 6,7	pH 3,1	
(iii)	Bumal toege- voegd aan aluminium- sulfaat	zetmeel	Er vormden zich vlokken zodra Bumal in aanraking kwam met het aluminiumsulfaat, die groter waren dan in (i) boven eind-pH 3,4
	pH 3,3	pH 3,2	
(iv)	zetmeel toege- voegd aan alu- miniumsulfat	Bumal	Aluminiumsulfaat en zetmeel vormden een fluïde mengsel. Grove deeltjes vormden zich bij toevoeging van Bumal. Nog gro- ver bij toevoeging van alkali. eind-pH 3,5
	pH 3,0	pH 3,2	
(v)	Aluminiumsul- faat toege- voegd aan zetmeel	Bumal	identiek met (iv) eind-pH 3,5
	pH 3,0	pH 3,2	
(vi)	Bumal toege- voegd aan zet- meel	Aluminiumsul- faat	identiek met (ii) eind-pH 3,7
	pH 6,7	pH 3,1	

Reeks II

Mengsel van 1e en 2e componenten toegevoegd aan 3e component.

Voorgemengde componenten	Component in beker	Opmerkingen
(vii)		
aluminiumsulfaat gemengd in Bumal	zetmeel	produkt soortgelijk aan (i)
	pH 3,3	eind-pH 3,7
(viii)		
zetmeel gemengd in Bumal	aluminiumsul- faat	Er vormden zich fijne deel- tjes toen zetmeel/Bumal werd toegevoegd aan alumi- niumsulfaat. Het produkt werd verdikt bij toevoeging van alkali maar was nog be- vredigend. Eind-pH 3,7
(ix)		
Bumal gemengd met alu- miniumsulfaat	zetmeel	Produkt soortgelijk aan (iii)
	pH 3,1	Eind-pH 3,3
(x)		
Zetmeel gemengd met aluminiumsulfaat	Bumal	Identiek met (xi)
	pH 3,1	Eind-pH 3,5
(xi)		
Aluminiumsulfaat ge- mengd met zetmeel	Bumal	Er vormden zich fijne deel- tjes toen voormengsel werd toegevoegd aan Bumal.
	pH 3,1	Eind-pH 3,5
(xii)		
Bumal gemengd met zetmeel	aluminiumsul- faat	Identiek met (viii)
	pH 3,1	Eind-pH 3,7

In de bovenstaande tabellen zijn de vermelde pH-waarden (juist tot $\pm 0,1$) als volgt van toepassing:

Reeks I - Elke pH is van toepassing op het respectieve tweedelige, driedelige of vierdelige mengsel.

5 Reeks II - Elke pH is van toepassing op het respectieve aldus verkregen driedelige of vierdelige mengsel.

De geschiktste produkten waren reeks I (ii) en (vi) en reeks II (viii) en (xii), de geprefereerde volgorde van mengen van de componenten was daarom het mengen van de zetmeelcomponent met de
10 harslijmcomponent en het combineren van het mengsel met het aluminiumsulfaat hetzij door toevoeging van het eerste aan het laatste of omgekeerd vóór het toevoegen van het alkali aan het verkregen
driedelige mengsel. Dit toont dat de beste volgorde van mengen van de componenten voor het verkrijgen van een stabiele emulsie bruikbaar
15 als "one-shot"-lijmmiddel dat werkt bij aanraking met de vezels, is het combineren van het zetmeel met de aanvankelijke harsdispersie.

Voorbeeld VI

Lijmmiddelen, die andere stabilisatoren bevatten:

20 Dit voorbeeld toont dat papierlijmmiddelen volgens de uitvinding kunnen worden bereid door toevoegen van een uitgekozen stabilisator aan de harslijmmiddeldispersie en daarna toevoegen van dit mengsel aan aluminiumsulfaat of het aluminiumsulfaat aan het mengsel en het tenslotte toevoegen van alkali ter verkrijging van
25 het gewenste produkt, d.w.z. het toepassen van de volgorde van mengen als voorbeeld gegeven door (ii) (vi), (viii) en (vii) in voorbeeld V, doch onder toepassing van verschillende stabilisatoren. De volgende resultaten werden verkregen: elk der niet-zetmeelprodukten van groep A werd bereid, opgeslagen en toegepast bij kamertemperatuur.
30

A - Niet-zetmeelstabilisatoren:

(i) Hydroxyethylcellulose-stabilisator (cellulose-ether)

"Cellacol" HE 450DS: 2,6% gew./vol.

Bereid: Bumal 45 g

35 + HE 450 DS 200 g - glad mengsel
pH 6,5;

8002764

- + aluminiumsulfaat 200 cm³ - glad mengsel
pH 3,7;
- + alkali 40 cm³ - enige coagulatie van voorbij-
gaande aard, die snel een glad
mengsel gaf; eind-pH 4,2.

5

Dit mengsel bleef zeer stabiel met geen tekenen van scheiding na 12 dagen.

(ii) Methyl-cellulosestabilisator (cellulose-ether)

"Cellacol" M 5000 DS; 1,5% gew./vol.

10

- Bereid: Bumal 45 g
- + M 5000 DS 200 g - glad mengsel, pH 6,5;
 - + aluminium- 200 cm³ - onmiddellijke daling van vis-
sulfaat kositeit; geen onmiddellijke
tekenen van coagulatie; pH 3,5;
 - + alkali 40 cm³ - lichte coagulatie van voorbij-
gaande aard, die snel een glad
mengsel gaf; eind-pH 4,0.

15

Enige afzetting na 3 uren; volledige scheiding na 2 dagen.

Bij een andere proef onder identieke omstandigheden werd nauwkeurig hetzelfde onbevredigende resultaat verkregen met een andere cellulose-ether nl. de hydroxypropylmethylcellulosestabilisator bekend als "Cellacol" HPM 5000 DS bij 1,5% gew./vol.

20

(iii) Polyvinylpyrrolidon-stabilisator-P.V.P. ex BDH:
(mol.gew. 700.000); 10% gew./vol.

25

- Bereid: Bumal 45 g
- + P.V.P. 200 g - glad mengsel; pH 3,5; geen blijken
van coagulatie;
 - + alkali 40 cm³ - aanzienlijke coagulatie;
eind-pH 4,0;

30

Geen bezinking bij 24 uren; stabiel na 12 dagen.

(iv) Polyvinylalcohol-stabilisator - PVA ex BDH
(mol.gew. 125.000); 7% gew./vol.

35

- Bereid: Bumal 45 g
- + P.V.A. 200 g - glad mengsel; pH 6,4;
 - + aluminium- 200 cm³ - enige coagulatie soortgelijk aan
sulfaat No.(ii); pH 3,5;

+ alkali 40 cm³ - coagulatie bleef; eind-pH 4,0.
Sterke bezinking na 3 uren; totale precipitatie na 2 dagen.

De boven voor niet-zetmeel katalysatoren samengevatte resultaten tonen dat vele nauw verwante verbindingen zich vaak gedragen op aanzienlijk verschillende wijze wanneer beproefd als stabilisatoren voor harscomponent/aluminiumsulfaatcomponent-mengsels volgens de uitvinding. Voorbeeld VI (i) toont dat hydroxyethylcellulose een geschikte stabilisator is, doch voorbeeld VI (ii) toont dat methylcellulose en hydroxypropylmethylcellulose dit niet zijn. Voorbeeld VI (iii) en voorbeeld VI (iv) tonen dat polyvinylpyrrolidon geschikt is, doch polyvinylalcohol niet. Andere verbindingen die zijn beproefd en onbevredigend gebleken hetzij bij toevoeging aan Bumal een glad mengsel niet wordt verkregen of omdat het gladde aanvankelijk verkregen mengsel onbruikbaar wordt bij toevoeging van aluminiumsulfaat of het alkali omvattende het volgende:

Verbinding	Monster	Resultaat
(v) Natriumalginaat	"Manutex" KPF ex Alginate Industries; 1% gew./vol.	Sterke precipitatie bij toevoeging van aluminiumsulfaat aan glad mengsel van Bumal en natriumalginaat.
(vi) Polyethyleenimine	"Flocbel" FC21 (mol.gew. 300.000); 23,5% gew./vol.	Mengsel coaguleerde onmiddellijk bij toevoeging van "Flocbel" FC21 aan Bumal.
(vii) Natriumcarboxymethylcellulose	"Cellufix 1000" ex T.R. International; 1% gew./vol.	Sterke coagulatie bij toevoeging van "Cellufix 1000" aan Bumal.
(viii) Polyacrylzuur	P.A.A. ex BDH (mol.gew. 230.000); 12,5% gew./vol.	Onmiddellijke sterke coagulatie bij toevoeging aan Bumal/P.A.A.-mengsel

(ix) Methacrylzuur -
(M.A.A.)

Niet getest met het oog op resultaat verkregen in voorbeeld VI (viii) en het feit, dat M.A.A. een vloeibaar mengsel is.

5 B - Zetmeelstabilisatoren:

Bij elke proef werd het uitgekozen zetmeel bereid bij 95°C gedurende 20 minuten en daarna opgeslagen bij 50°C totdat het werd gebruikt. Elk zetmeel werd toegepast als in detail beschreven voor maiszetmeel in voorbeeld VI (x).

10 (x) Maiszetmeel-stabilisator

Bereid: Bumal 45 g
+ maiszetmeel 200 g - pH 6,4; een gladde pasta ontstond;
+ aluminium- 200 cm³ - pH 3,0; coagulatie van voorbij-
sulfaat gaande aard van plaats; maar meng-
sel werd glad
15 + alkali 40 cm³ - pH 3,5; aanzienlijke coagulatie
en toename van viskositeit; meng-
sel zeer dik na 24 uren; scheidde
zich na 12 dagen.

20 (xi) Rijstzetmeel:

Het mengen gaf mengsels met pH 6,2; pH 2,9 en pH 3,5 met dezelfde resultaten als in voorbeeld VI (x); het produkt scheidde na 12 dagen.

(xii) Geoxydeerd maiszetmeel (Viscosol 240); 10% gew./vol.

25 Het zetmeel mengde gemakkelijk met het Bumal (pH 6,2); er waren geen blijken van coagulatie bij toevoeging van het aluminiumsulfaat; pH 3,0; lichte coagulatie vond plaats bij toevoeging van het alkali; het mengsel was zeer stabiel bij 24 uren doch scheidde zich na 12 dagen.

30 (xiii) Farina(aardappel)zetmeel: 10% gew./vol.

Het zetmeel mengde zich gemakkelijk met het Bumal (pH 6,4), doch er vond een aanzienlijke coagulatie plaats bij toevoeging van aluminiumsulfaat; het mengsel wilde niet glad worden.

(xiv) Geoxydeerde farinazetmeel: 10% gew./vol.

35 Het zetmeel mengde weer gemakkelijk met Bumal en het aluminiumsulfaat mengde gemakkelijk met het verkregen mengsel; geen blijken

van coagulatie traden op bij toevoeging van alkali; de respectieve pH-waarden waren 6,2, 3,2 en 3,7; het mengsel was zeer stabiel na 24 uren, doch scheidde na 12 dagen.

(xv) Maiszetmeelacetaat: 10% gew./vol.

5 Elke component mengde gemakkelijk; pH-waarden van 5,9, 3,1 en 3,6 werden genoteerd; het produkt was zeer stabiel en glad na 24 uren en nog stabiel na 12 dagen.

10 Uit de bovenstaande resultaten ziet men gemakkelijk, dat geschikte produkten kunnen worden bereid onder toepassing van stabilisator van "Cellacol" HE 450DS of andere vormen van hydroxyethylcellulose, polyvinylpyrrolidon en maiszetmeelacetaat, doch dat soortgelijke resultaten niet kunnen worden verkregen met de andere materialen zelfs ofschoon deze vaak nauw verwant zijn aan die waar-
15 mee succes wordt verkregen en hun bekende eigenschappen en gebruiken aangeven dat zij waarschijnlijk goede resultaten geven.

Voorbeeld VII

Papierlijnmiddelen met en zonder versterking van beginharsdispersie:

20 Dit voorbeeld illustreert dat de toevoeging van grote hoeveelheden aluminiumsulfaat, zelfs in vaste vorm, kan geschieden aan vele verschillende soorten harsdispersies onafhankelijk of ze al dan niet zijn versterkt met gemaleëerde of andere harsreactieprodukten.

Bereiding:

25 Onder toepassing van de techniek beschreven in voorbeeld I, werden verschillende harsemulsies gemengd met poedervormig aluminiumsulfaat en NaOH in de droge gewichtsoplossings-verhouding van 1 : 2 : 0,2, die gelijkwaardig is aan een totale gewichtsverhouding van 45 : 40 : 4 voor Bumal : aluminiumsulfaat : 50% gew./gew. NaOH.
30 Vele mengsels werden bereid en toonden alle goede stabiliteit. Verschillende roertechnieken werden toegepast waaronder hoge afschuiving (Bewoid), geringe afschuiving en ultra-hoge afschuiving (Braun), gevolgd door het leiden van het geroerde mengsel bij lage druk (b.v. 28kg/cm^2) door een Ormerod homogenisator. Dit mengsel
35 bezit bij benadering een totaal vaste-stofgehalte van 52% droog ma-

teriaal. De homogeniseringstrap is vereist om het produkt in staat te stellen onverdund een 40 mesh zeef te passeren zelfs onder gematigd toegepaste druk. Als het niet gehomogeniseerde produkt wordt verdund met water, b.v. in de verhouding 50 : 50, gaat het produkt door een zeef doch worden aanzienlijk ruwe stukken achtergehouden. Leiden door een Ormerod homogenisator maakt het mogelijk dat het lijmmiddel een 40 mesh zeef passeert waarbij weinig of geen residu achterblijft onafhankelijk van het feit of het is verdund of geconcentreerd. Deze techniek werd toegepast voor het bereiden van stabiele papierlijmmiddelen van oorspronkelijk versterkt en niet versterkte harsdispersies, poedervormig vast aluminiumsulfaat en loog, onder toepassing van de volgende dispersies:

(i) Niet versterkt proteïne-gestabiliseerde dispersielijmmiddel.

(ii) Versterkte harsdispersielijmmiddel, met caseïne gestabiliseerd, b.v. Bumal en Roscol.

(iii) Versterkte harsdispersielijmmiddel, met geen eiwitachtige stabilisator.

Steeds werden opslagstabiele produkten verkregen die hun lijmdoelmatigheid over lange perioden (b.v. tenminste 12 weken) behielden, die in de vorm waren van thixotrope pasta's, die zeer gemakkelijk vloeibaar werden bij roeren en aldus pompbaar waren, doch die weer vast werden tot een thixotrope pasta bij staan gedurende b.v. 24 - 48 uren.

Uit deze proeven blijkt, dat versterking van de beginharsdispersie niet een voorvereiste is voor de uitvinding daar zowel versterkte als niet versterkte harslijmmiddelen kunnen worden gecombineerd met grote hoeveelheden aluminiumsulfaat zonder stabilisatoren waarbij voor de handel aanvaardbare produkten worden verkregen.

Voorbeeld VIII

Papierlijmmiddelen zonder toegevoegde stabilisator:

Dit voorbeeld heeft betrekking op de onverwachte ontdekking, dat doelmatige papierlijming als blijkt uit aanvaardbare Cobb-waarden, mogelijk is met hars/aluminiumsulfaat-mengsels die geen toege-

voegde stabilisator bevatten.

Standaard Bewoid R50X lijmiddel werd toegepast in een reeks proeven voor papierbereiding in vergelijking met een monster van een mengsel volgens de uitvinding bereid uit 45 g Bumal, 200 cm³ 20% gew./vol. aluminiumsulfaat-oplossing en 40 cm³ 10% NaOH-oplossing. De Cobb-waarden verkregen bij verschillende lijm niveaus en vezelmasa-pH-waarden waren als volgt:

	pH-vezel- masa	Lijm	Hars/vezel		
			1%	0,5%	0,25%
10	7,5	R50	23,5	36,5	-
		monster	55,7	122,0	verzadigd
	6,5	R50	18,7	22,6	47,3
		monster	32,5	100,0	verzadigd
15	4,0	R50	20	30	50
		vers monster	19,3	31,5	97,2
		monster na 11 dagen	18	30	-

Men ziet dat aanvaardbare resultaten worden verkregen bij pH 4,0 zelfs 11 dagen na de bereiding van het lijmiddel (bij 1% hars/vezel) en een vermogen vergelijkbaar met R50 zelfs bij 0,5% hars/vezel. Tegen alle verwachtingen in blijft een "niet gestabiliseerd" hars/aluminiumsulfaat-mengsel stabiel en is het werkzaam slechts bij aanraking met papiervezelmasa.

Voorbeeld IX

Kationische papierlijmmiddelen - effect van alkali:

Dit voorbeeld illustreert dat in het algemeen de vorming van stabiele hars/aluminiumsulfaat-mengsels, die lijmende eigenschappen hebben, onafhankelijk is van de aanwezige hoeveelheid alkali.

Deel A: Twee monsters van kationische emulsies werden bereid, één loogvrij, en de ander bevattende 8% van een 10%'s NaOH-oplossing. Handvellen werden bereid met harstoevoegingen van 0,42% droog gewicht ten opzichte van de vezel.

De resultaten waren als volgt:

8002764

	pH	Eén minuut Cobb-waarden	
		na 24 uren	na 3 maanden
Loogvrij	3,45	26	26
Monster bevatte NaOH	4,10	19	16

5 De Cobb-waarden verkregen bij pH 3,45 zijn bevredigend aantoonend dat de toevoeging van natriumhydroxyde niet essentieel is voor de levensduur van het produkt. Dit resultaat verifieert dat de lijmdoelmatigheid afhankelijk is van de pH van de kationische dispersie zelf, en de aan het mengsel toegevoegde loog slechts dient
10 voor het verhogen van de pH om de doelmatigheid te verbeteren. Lijming wordt verkregen met de produkten variërend van pH 3,2 tot pH 4,7, waarbij de optimale pH ligt bij 3,7 - 4,3.

Deel B: Mengsels werden bereid onder gebruik van 45 g Bumal versterkte harslijmmiddel en verschillende hoeveelheden vast aluminiumsulfaat en 50%'s gew./gew. NaOH-oplossing. Drie mengsels bevatten
15 40 g vast aluminiumsulfaat met resp. (a) 3 g, (b) 2 g en (c) 1 g NaOH-oplossing, terwijl andere drie gebruikten resp. (d) 30 g aluminiumsulfaat, (e) 20 g aluminiumsulfaat en (f) 10 g aluminiumsulfaat met 1/10 van de hoeveelheid NaOH-oplossing. Alle zes mengsels
20 vertoonden een bevredigende stabiliteit. Het lijmend vermogen was bevredigend voor elk monster.

Voorbeeld X

Papierlijmmiddelen, die was bevatten:

Een bevredigend lijmend vermogen en een langdurige stabiliteit worden vertoond door harsdispersie/aluminiumsulfaat-mengsels
25 in de 1 : 2 : 0,2 verhouding onder toepassing van harsdispersies, die was bevatten in hoeveelheden van 20 - 80% van het harsgehalte. Hieruit blijkt, dat de mengsels volgens de uitvinding eventueel een hoeveelheid hars kunnen bevatten.

Voorbeeld XI

Kationische lijmiddelen - papiermachinebeproevingen:

Kationische lijmiddelen volgens de uitvinding werden bereid en werden toegepast voor de bereiding van papier op een proefmachine zonder dat de onafhankelijke toevoeging van aluminiumsulfaat vereist was. Een doelmatig lijmen kan worden verkregen over een pH-
35

gebied van 4,5 - 8,5.

De bij dit voorbeeld toegepaste papiermachine is een miniatuur standaard Fourdrinier-papiermachine met een conventionele droogtrein verdeeld door een hellende lijmpers.

5 Een kationisch lijmiddel volgens de uitvinding werd bereid als beschreven in voorbeeld I waarbij het toegepaste stabiliseermiddel was Amisol-Q-Tac. De voeding voor de machine was gebleekte sulfaatpulp bij 40⁰Schopper-Riegler, de onbehandelde papiermassa had een pH van 4,9 en het aanvullende water had een pH van 7,9.
10 Het met de machine vervaardigde papier bezat een basisgewicht van 70 gsm en het lijmiddel werd toegevoegd met een debiet van 0,34% hars betrokken op de vezel. De machine werd bedreven met het recirculaatwatercircuit open en gesloten.

Het produkt bleek bevredigend zowel bij het open als gesloten recirculaatwaterstelsel. Cobb-getallen werden verkregen in het
15 gebied van 20 - 30.

Toen de pH van het stelsel werd verhoogd tot 7,4 door toevoeging van natriumaluminaat was nog sprake van een goede lijming bij de Cobb-getallen die varieerden van 25 - 28.

20 Het gebruik van kationische lijmiddelen volgens de uitvinding verleent harde lijming aan papier zonder dat de navolgende toevoeging van aluminiumsulfaat nodig is; de produkten volgens de uitvinding vormen de basis van een bevredigend "one-shot"-lijmstelsel.

25 Het lijmen is mogelijk in een pH-gebied van 4,5 - 7,4.

De gebruiksduur van de produkten is bijzonder goed; de lijm-
middelen hebben een gebruiksduur van tenminste 10 weken. Bij een geprefereerd vaste-stofgehalte van 27% kunnen aanvaardbare mengsels worden bereid zowel ten aanzien van stabiliteit als verwerkbaarheid.
30 Goed doelmatig lijmen is mogelijk bij een pH 7,0 en hoger als natriumaluminaat wordt toegepast bij het pH-regelmedium. Het gebruik van retentiehulpmiddelen in de papiervezelmasa doet de produktdoelmatigheid toenemen. Kalkkladingen tot 17,5% kunnen ook worden toegepast met goed lijmen terwijl het gelijktijdig gebruik van een retentiehulpmiddel de lijmdoelmatigheid bij de hogere kalkbeladingsniveaus
35

verder doet toenemen.

Deze resultaten werden verkregen door toepassing van het bovenstaande lijmsstelsel bij een vaste-stofniveau verhoogd tot 27% waarbij Cobb-waarden van 23,3 werden gevonden. De kationische emulsies werden gewijzigd tot een produkt op basis van "Roscol" b.v. het papierlijmmiddel van het boven beschreven voorbeeld VII (iii) voor het evalueren van zijn werkzaamheid tegen conventionele producten op emulsiebasis. Na een periode van 30 minuten werd de emulsie weer gewijzigd tot het oorspronkelijke produkt op Bumal-basis. Kalkbelading werd toegevoegd met hoeveelheden van 5,0 - 17,5%. Daar er echter geen gebruikelijk retentiehulpmiddel was bij het 17,5%-niveau bleek de retentie slecht toen het kalkgehalte navolgend werd bepaald in het eindvel.

Bovenstaande voorbeelden tonen dat de papierlijmmiddelen volgens de uitvinding bevredigender werken en het mogelijk maken dat de vervaardiging van papier wordt gebaseerd op het one-shot lijmsstelsel.

Derhalve verschaft de onderhavige uitvinding nieuwe chemische middelen in de vorm van stabiele aluminiumsulfaat bevattende harsdispersies die eventueel een of meer toegevoegde kationische of niet-ionogene stabilisatoren, wassen en andere toegevoegde componenten kunnen bevatten, die kunnen worden bereid uit een groot aantal versterkte en niet versterkte harsdispersies hetzij met proteïne gestabiliseerd of proteïnevrij.

De mengsels volgens de uitvinding bezitten de eigenschap dat zij stabiel blijven ondanks hun hoog aluminiumsulfaatgehalte en zij niettemin worden gedestabiliseerd en aldus neergeslagen bij contact met papiermassa, zodat ze kunnen worden toegepast als het ene noodzakelijke toevoegsel voor een doelmatig lijmen bij de vervaardiging van papier. Bovendien zijn de mengsels volgens de uitvinding bijzonder verdraagzaam met gebruikelijke harslijmmiddelen en veroorzaakt zij geen problemen als zij worden toegepast bij papierbereidingsstelsels waarbij gebruikelijke harslijmmaterialen in de vorm van dispersies van zepen voorgaand zijn gebruikt. De mengsels volgens de uitvinding zijn typische zeer stabiele thixotrope pasta's die zeer

gemakkelijk vloeibaar worden en daardoor pompbaar bij roeren.

5 Samenvattend kan worden gezegd, dat met de onderhavige uit-
vinding is vastgesteld, dat een stabiele harsdispersie, geschikt
voor gebruik als papierlijmmiddel kan worden verkregen door het com-
bineren van bestaande stabiele harsdispersies b.v. een gebruikelijk
handelspapierlijmmiddel met het aluminiumsulfaat dat gewoonlijk
wordt toegevoegd als een afzonderlijke component van het papier-ver-
vaardigingsstelsel. De nieuwe aluminiumsulfaat bevattende vrije
harsdispersies volgens de uitvinding kunnen worden bereid onder ge-
10 specificeerde omstandigheden die als volgt kunnen worden samenge-
vat:

 bij mengen is roeren met hoge snelheid essentieel, b.v. bij
150 - 500 omw./min, bij voorkeur 250 - 350 omw./min gevolgd door
minder sterk roeren bij lage snelheid als de eindtrap van de pH-
15 instelling door toevoeging van alkali wordt uitgevoerd; dit kan ge-
schieden bij 50 - 150 omw./min, bij voorkeur 60 - 100 omw./min, b.v.
75 omw./min als in voorbeeld I;

 de volgorde van toevoegen van de componenten is zodanig, dat
het alkali het laatst wordt toegevoegd;

20 het roeren met lage snelheid zoals toegepast voor het inbrengen
van het alkali, wordt gevolgd door homogeniseren zodat het pro-
dukt in hoofdzaak geheel een 40 mesh zeef passeert;

 de eind-pH ligt in het gebied van 3,0 - 5,0 en ligt bij
voorkeur beneden 4,7 en liefst in het lagere deel van dit gebied
25 b.v. een pH van 3,5 - 4,2;

 andere stabilisatoren op basis van zetmeel en andere, kun-
nen worden toegevoegd, doch zijn niet essentieel; als zij worden
opgenomen sluit de volgorde van mengen van de hars, het aluminium-
sulfaat en de stabiliserende component bij voorkeur de toevoeging
30 van de harscomponent aan het mengsel van de beide andere uit, ter-
wijl de meest geprefereerde volgorde is het mengen van de stabili-
sator en het harsmengsel gevolgd door toevoeging van het verkregen
mengsel aan het aluminiumsulfaat of omgekeerd;

 als een stabiliseermiddel op zetmeelbasis of ander stabili-
35 seermiddel wordt toegevoegd aan het chemische mengsel verdient het

voorkeur dat de hoeveelheid ervan niet meer bedraagt dan een hoeveelheid gelijkwaardig aan het droge gehalte van de harsdispersie.

De chemische mengsels volgens de uitvinding geven een doelmatig lijmen over een pH-gebied van 4,5 - 7,4.

5 Volgens een geprefereerde uitvoeringsvorm van het mengsel volgens de uitvinding verkregen door mengen van de harscomponent : poedervormig aluminiumsulfaat : vast alkali in een droge gewicht-verhouding van 1 : 2 : 0,2, bedraagt de totale gewichtsverhouding van de harscomponent : aluminiumsulfaatcomponent : alkali in het
10 mengsel 45 : 40 : 4. De methode voor het bereiden van een dergelijk mengsel volgens de uitvinding omvat het combineren van een aluminiumsulfaatcomponent in de vorm van een waterige oplossing van de aluminiumsulfaat of een vast poedervormig aluminiumsulfaat met een harsdispersie, gekozen uit stabiel versterkt of niet ver-
15 sterkt vrije harsdispersies, onder continu roeren, het instellen van het verkregen mengsel op een pH in het gebied van 3,0 - 5,0 en het voortzetten van het roeren gedurende een voldoende tijd om gevormde vlokken te breken en de gecombineerde componenten in de vorm van een stabiele aluminiumsulfaat bevattende harsdispersie
20 te herstabiliseren.

C o n c l u s i e s :

=====

1. Stabiele waterige chemische samenstelling, geschikt voor gebruik als een "one-shot" lijmiddel voor papier, omvattend een harsdispersiecomponent, aluminiumsulfaat, en eventueel een alkali, waarbij de pH van het genoemde mengsel tussen ongeveer 3,0 tot
5 ongeveer 5,0 ligt.
2. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de pH beneden 4,7 is.
3. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de pH 3,5 tot 4,2 bedraagt.
- 10 4. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het alkali natriumhydroxyde is.
5. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de harscomponent een niet-versterkte vrije hars bevattende waterige dispersie is.
- 15 6. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de harscomponent een versterkte vrije hars bevattende waterige dispersie is.
7. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het tevens
20 tenminste een stabiliserende component, gekozen uit de groep bestaande uit kationische zetmeelsoorten, niet-ionogene zetmeelsoorten, hydroxyethylcellulose, polyvinylpyrrolidon en maiszetmeelacetaat bevat.
8. Mengsel volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de droge gewichts verhouding van harscomponent : aluminiumsulfaat : alkali
25 ongeveer 1 : 2 : 0,2 is.
9. Werkwijze voor het bereiden van een waterig chemisch mengsel dat geschikt is voor gebruik als "one-shot" lijmiddel voor papier, omvattend:
 - a. het combineren van een harsdispersiecomponent en aluminiumsulfaat onder continu roeren met hoge snelheid;
 - 30 b. het eventueel instellen van de pH van het verkregen mengsel op een waarde tussen ongeveer 3,0 tot ongeveer 5,0 met een alka-

8002764

li onder roeren met lagere snelheid;

c. het voortzetten van het roeren met lagere snelheid gedurende een voldoende tijd om alle gevormde vlokken te breken; en

5 d. het homogeniseren van het mengsel zodanig, dat het in hoofdzaak geheel een 40 mesh zeef passeert, waarbij een stabiele dispersie wordt verkregen.

10. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de pH wordt ingesteld op een waarde tussen ongeveer 3,5 en 4,2.

10 11. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat het alkali natriumhydroxyde is.

12. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat het aluminiumsulfaat wordt toegevoegd in de vorm van een waterige oplossing.

15 13. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat het aluminiumsulfaat wordt toegevoegd in de vorm van vast poedervormig aluminiumsulfaat.

14. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de harscomponent een niet versterkte, vrije hars bevattende waterige dispersie is.

20 15. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de harscomponent een versterkte, vrije hars bevattende waterige dispersie is.

25 16. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de droge gewichts-verhouding van de harscomponent : aluminiumsulfaat : alkali ongeveer 1 : 2 : 0,2 bedraagt.

30 17. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de harsdispersiecomponent wordt gecombineerd met tenminste één stabiliserende component, gekozen uit de groep bestaande uit kationische zetmeelsoorten, niet-ionogene zetmeelsoorten, hydroxyethylcellulose, polyvinylpyrrolidon en maiszetmeelacetaat alvorens het verkregen mengsel met aluminiumsulfaat te combineren.

18. Werkwijze volgens conclusie 17, met het kenmerk, dat het mengsel van de harsdispersiecomponent en de stabiliserende component wordt toegevoegd aan het aluminiumsulfaat.

35 19. Werkwijze volgens conclusie 17, met het kenmerk, dat het alu-

miniumsulfaat wordt toegevoegd aan het mengsel van de harsdispersie-component en de stabiliserende component.

5 20. Werkwijze voor het lijmen van papier volgens een "one-shot" werkwijze omvattend het toevoegen van het mengsel volgens conclusie 1 aan een cellulose of andere vezelmassa waaruit vervolgens een vlies wordt vervaardigd.

10 21. Werkwijze voor het lijmen van papier volgens een "one-shot" werkwijze omvattend het toevoegen van een mengsel volgens conclusie 7 aan een massa op cellulose of andere vezelbasis, waaruit vervolgens een vlies wordt vervaardigd.

22. Werkwijze voor het lijmen van papier volgens een "one-shot" werkwijze omvattend het aanbrengen van het mengsel volgens conclusie 1 op een voorgevormd vlies uit cellulose of andere vezels.

15 23. Werkwijze voor het lijmen van papier volgens een "one-shot" werkwijze omvattend het aanbrengen van het mengsel volgens conclusie 7 aan een voorgevormd vlies uit cellulose of andere vezels.