(19)

SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 913740 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 913740

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C09J103/02

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **06.08.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **06.08.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **07.02.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

06.08.1990 US 563379

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •**CPC International Inc.,** P.O. Box 8000, International Plaza, Englewood Cliffs, NJ 07632, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •**Fitt, Larry E.,** Orland Park, IL 60462, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 •**Pienkowski, James J.,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
3 •**Wallace, Jack R.,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Nopea tärkkelyspohjainen aaltopahviliima, joka sisältää tärkkelystä, modifioituja tärkkelystä tai dekstriiniä ja polyvinyylialkoholia käsittävän kantajafaasin

Snabbt stärkelsebaserat lim för wellkartong, vilket innehåller stärkelse, modifierad stärkelse eller dextrin och polyvinylalkohol omfattandebärarfas

Nopea tärkkelyspohjainen aaltopahviliima, joka sisältää tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä ja polyvinyylialkoholia käsittävän kantajafaasin

Keksintö koskee kantajatyyppisiä, tärkkelyspohjaisia aaltopahviliimoja, jotka sisältävät polyvinyylialkoholia. Tarkemmin keksintö koskee suuriin nopeuksiin sopivaa aaltopahviliimaa, jossa kantajafaasi käsittää tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä ja kylmään veteen liukenevaa, osittain hydrolysoitua polyvinyylialkoholia. Polyvinyylialkoholi hydrolysoidaan edelleen in situ kuumentamalla veden, lipeän ja tärkkelyksen, modifioidun tärkkelyksen tai dekstriinin kanssa.

Aaltopahvin valmistuksessa käytettävät liimat käsittävät usein tärkkelystä, booripitoista yhdistettä, lipeää ja mahdollisesti vesitiivistä hartsia (kun vedenkestävyys on tarpeen) vesiperustassa. Aallotuspaperin pääasiallinen sideaine on tärkkelys, joka gelatinoidaan aallotusprosessissa kun se tunkeutuu paperikuituihin. Muut komponentit, siis booripitoinen yhdiste, lipeä ja vedenkestävä hartsi, ovat ulkopuolisia aineita, jotka modifioivat tärkkelyksen perusominaisuuksia. Lipeä, tavallisesti natriumhydroksidin muodossa, vaikuttaa suoraan tärkkelyksen gelatinoitumispisteen lämpötilaan. Gelatinoitumispisteen lämpötilaa kutsutaan usein geeliytymispisteeksi tai geeliytymislämpötilaksi ja modifioimattomalla maissitärkkelyksellä se alenee lipeälisäyksellä luonnollisesta 165 °F:n arvostaan lämpötilaan, joka on välillä noin 138 - 152 °F. Lipeä parantaa myös gelatinoituneen tärkkelyksen tunkeutumista pintapaperikuituihin, mikä sallii paremman liimauksen.

Booripitoisilla yhdisteillä on monia tehtäviä. Tärkein tehtävä on kehittää liimatahmeutta, joka on ratkaiseva "vihreän sidoksen" muodostuksessa. Vihreä sidos on sidos, joka pitää aaltopahvin komponentit yhdessä liima-

systeemin lopulliseen lämpökovetukseen saakka. Siinä pidetään pelkästään liiman viskositeetin avulla yllä tuotteen yhtenäisyyttä kovetuksen aikana. Sen vuoksi viskositeetin kasvunopeus (ts. vihreän sidoksen muodostusnopeus) laineRin ja aallotetun osan välisessä liimalinjassa rajoittaa aallotuskoneen nopeutta. Booriin liittyneet happiatomit muodostavat lujempia sidoksia, joita joskus kutsutaan boorisilloiksi, tärkkelyksen ja selluloosan hydroksyyliryhmien välille. Booripitoiset yhdisteet toimivat myös puskuroivina aineina lipeän läsnä ollessa ja auttavat pitämään liimapastan viskositeetin stabiilina.

On tunnettua, että muutkin polyhydroksiyhdisteet kuin tärkkelys, kuten esimerkiksi polyvinyylialkoholi, reagoivat booripitoisiin yhdisteisiin samalla tavoin kuin tärkkelys. Booripitoisten yhdisteiden ja polyvinyylialkoholin arvellaan vaikuttavan synergistisesti vahvojen sidosten muodostumisessa. Muiden polyhydroksiyhdisteiden tavoin polyvinyylialkoholikin kehittää liimatahmeutta tärkkelyksen läsnä ollessa nopeammin kun booria on läsnä, mikä merkitsee, että aallotus voi tapahtua suuremmilla konenopeuksilla.

Vesitiiviiden ja vedenkestävien hartsien katsotaan olevan valinnaisia komponentteja liimoissa, ja vaikka joissain aallotustehtaissa ei niitä tarvitakaan, on useimmat tehtaat tehty käyttämään niitä tarvittaessa. Monentyyppiset kertamuovihartsit ovat sopivia. Tavallisimmat niistä on johdettu ureaformaldehydistä, ketoniformaldehydistä tai melamiinialdehydistä. Käytettäessä aallotuskoneessa kuumennusta ja painetta hartsit kondensoituvat muodostaen erinomaisen vedenkestävän verkon. Kun näitä hartseja sisältäviin liimoihin lisätään polyvinyylialkoholia se saostuu silloituksessa, mikä parantaa vedenkestäviä sidoksia.

Aallotusprosessissa liima levitetään tavallisesti aallotetun osan kourujen huippuihin. Sitten aallottamaton

tasopaperilaineri levitetään liimapäällystettyjä kouruja vasten niiden kohdatessa aallotustelan ja painetelan välissä. Saadun tuotteen toisella puolella on aallotettu osa ja toisella puolella tasolaineri ja sitä kutsutaan yksipuoliseksi osuudeksi. Yksipuolista osuutta voidaan käyttää sellaisenaan tai yksipuolisen osuuden kourun huippuihin voidaan levittää liimaa ja toinen tasoarkki voidaan levittää samalla tavoin kuin ensimmäinenkin, jolloin sitä kutsutaan "kaksipuoliseksi" tai "kahden taustan" menetelmäksi. Toinen laineriarkki lämpökäsitellään alennetussa paineessa (verrattuna paineeseen, jota käytettiin yksipuolisen osuuden valmistukseen) välittömästi liimakontaktin jälkeen.

Tärkkelyspohjaisia liimoja, joita kutsutaan kantajatyyppisiksi liimoiksi, käytetään yleisesti aaltopahvin valmistusprosesseissa. Kantajatyypisissä liimoissa osa tärkkelyksestä (tai dekstriinistä) muodostaa kantajan, jota usein kutsutaan gelatinointifaasiksi, joka suspendoi lopun gelatinoitumattomassa tilassa olevan tärkkelyksen. Lämmön ja paineen alaisena gelatinoitumaton tärkkelys hydrautuu ja gelatinoituu nopeasti, mikä nostaa nopeasti liimakoostumusten viskositeettia ja tarttuvuutta.

Polyvinyylialkoholia on lisätty tärkkelyspohjaisiin aaltopahviliimoihin monia vuosia nostamaan viskositeettia ja sidoslujuutta aallotetun osan ja lainerimateriaalin välissä. JP-patenttijulkaisussa 45-19 600, Imoto et al. (4.7.1970) esitetään esimerkiksi jauheutun polyvinyylialkoholin ja gelatinoitumattoman tärkkelyksen suspensio gelatinoidun tärkkelyksen ja booraksin alkalisessa vesiliuoksessa käytettäväksi erittäin vedenkestävän aaltopahvin valmistuksessa. Imoto et al. esittää käytettäväksi kokonaan saippuoitua (ts. täysin hydrolysoitua) polyvinyylialkoholia ja sen vesiliukoisia johdannaisia.

US-patentissa 4 094 718, Czerwin, käytetään täysin hydrolysoitua polyvinyylialkoholia, jolla on hieno partik-

kelikoko ja alhainen liukoisuus kylmään veteen, modifioidussa tärkkelyspohjaisessa aaltopahviliimassa, joka sisältää booraksia, alkalia ja vettä. Polyvinyylialkoholi on suspensiona liiman vesiemulsiossa ja se liukenee aallotuksen aikana kun paperi kulkee kuumennustelojen ja aallotuskoneen välissä.

US-patenteissa 4 600 739 ja 4 677 145, Krankkala, esitetään aaltopahviliima, joka käsittää vesisuspension modifioimattomasta tärkkelyksestä, lipeästä, boorihappoyhdisteestä ja vesiliukoisesta, osittain hydrolysoidusta polyvinyylialkoholista. Kummankin patentin selityksen perusteella näillä liimakoostumuksilla päästään suuriin linjanopeuksiin ja parempaan vihreään sidoslujuuteen. US-patentissa 4 826 719, Murdock et al. on todettiin kuitenkin, että liukoisen polyvinyylialkoholin määrää, jota voitiin käyttää kahdessa edellisessä Krankkalan patentissa, rajoitti se seikka, että esitettyä suuremmilla konsentraatioilla liukoisella polyvinyylialkoholilla oli taipumusta geelinmuodostukseen kuten Czerwin ja Imoto et al. olivat todenneet.

Murdockin et al. patentti esittää aaltopahviliiman, joka perustuu modifioimattomaan tärkkelykseen ja sisältää alkalimetallihydroksidin, boorihappoyhdisteen ja kylmään veteen liukoisen, täysin hydrolysoituneen polyvinyylialkoholin, joka kuumaliuotetaan liimakoostumukseen ennen levitystä. Patentin selityksen mukaan myös tällä liimakoostumuksella päästään aallotuksessa suuriin linjanopeuksiin.

Esillä olevassa keksinnössä on nyt keksitty, että erittäin suuriin nopeuksiin voidaan päästä tavanomaisilla aallotuskoneilla kantajatyyppisellä aaltopahviliimalla, jossa kantajafaasi on valmistettu hydrolysoimalla edelleen kylmään veteen liukoista, osittain hydrolysoitua polyvinyylialkoholia in situ veden, lipeän ja tärkkelyksen, modifioidun tärkkelyksen tai dekstriinin kanssa. Lisäetuna

vältetään geeliytymisongelmat, jotka liittyvät täysin hydrolysoituihin polyvinyylialkoholilähtöaineisiin. Lisäksi on todettu, että keksinnön mukaista liimakoostumusta voidaan käyttää erittäin vedenkestävän aaltopahvin valmistuksessa ja on erityisen käyttökelpoinen monikerroksisen aaltopahvin valmistuksessa suurilla nopeuksilla.

keksinnön mukainen aaltopahviliimakoostumus on tehty valmistamalla kantajafaasi, joka käsittää vesiemulsion tärkkelyksestä, modifioidusta tärkkelyksestä tai dekstriinistä ja kylmään veteen liukoisesta, osittain hydrolysoidusta polyvinyylialkoholista, jota hydrolysoidaan edelleen in situ yli noin 95 %:n hydrolyysiasteeseen. In situ -reaktioon vaikutetaan lisäämällä lipeää, esimerkiksi alkalimetallihydroksidia tärkkelyksen, modifioidun tärkkelyksen tai dekstriinin ja polyvinyylialkoholin vesiliuokseen, pH:n tekemiseksi alkaliseksi ja kuumentamalla, jotta polyvinyylialkoholi saadaan edelleen hydrolysoitumaan. Edullisessa toteutuksessa käytetään alhaisen molekyylipainon omaavaa polyvinyylialkoholia modifioidun tärkkelyksen kanssa.

Kantajafaasi lisätään suspendoituun tärkkelykseen liimakoostumuksen tekemiseksi. Koostumus sisältää myös booripitoista yhdistettä, joka voidaan lisätä kantajafaasiin, suspendoituun tärkkelysfaasiin tai molempiin faaseihin. Vesitiiviitä tai vedenkestäviä hartseja voidaan myös lisätä koostumukseen vapaa valintaisesti.

Seuraavassa selityksessä, esimerkeissä ja vaatimuksissa kaikki osat ja prosentit ovat painon mukaisia.

Keksinnön mukainen aaltopahviliimatuote valmistetaan tekemällä erikseen kaksi väliainetta ja yhdistämällä ne sitten. Toista väliainetta nimitetään kantajafaasiksi ja toista kutsutaan suspendoiduksi tärkkelysfaasiksi.

Kantajafaasi valmistetaan sekoittamalla polyvinyylialkoholi ja tärkkelys, modifioitu tärkkelys ja dekstriini veden kanssa. Nämä komponentit voidaan lisätä veteen

yhdessä tai missä tahansa järjestyksessä. Lisätty polyvinyylialkoholimäärä on noin 0,1 - 10 osaa 100 kantajafaasiosaa kohti tai noin 0,04 - 3 osaa 100 liimakoostumusosaa kohti. Tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä lisätään määränä, joka on noin 5 - 30 osaa 100 kantajafaasiosaa kohti tai noin 2 - 10 osaa 100 liimakoostumusosaa kohti.

Edellä esitettyjä komponentteja sekoitetaan jatkuvasti ja kuumennetaan 125 - 165 °F:n lämpötilassa. Lipeää lisätään riittävästi pH:n saamiseksi alkaliseksi jatkaen sekoittamista ja ylläpitäen kuumennusta riittävän aikaa ja riittävässä lämpötilassa polyvinyylialkoholin hydrolysoimiseksi yli noin 95 %:n hydrolyysiasteeseen. pH on edullisesti noin yli 10. Riittävä aika ja lämpötila on yleensä noin 10 - 25 minuuttia noin 125 - 165 °F:ssa. Alemmat lämpötilat vastaavat yleensä pitempiä aikoja. Reaktioaikaan vaikuttavat myös polyvinyylialkoholin ja lipeän suhteelliset konsentraatiot.

Kuumennuksen lopettamisen jälkeen sekoitusta jatketaan tasaisen jäähtymisen aikaan saamiseksi. Vettä voidaan lisätä tässä vaiheessa nopeuttamaan jäähtymistä.

Suspendoitu tärkkelysfaasi valmistetaan sekoittamalla tärkkelys kuuman veden kanssa. Vesi kuumennetaan noin 70 - 95 °F:n lämpötilaan ja sitä sekoitetaan jatkuvasti. Tärkkelystä lisätään noin 10 - 30 tärkkelysosaa 100 aaltopahviliimaosaa kohti ja edullisesti noin 12 - 25 tärkkelysosaa 100 aaltopahviliimaosaa kohti.

Booripitoista yhdistettä kuten boorihappoa tai boorihapposuolaa on lisättävä prosessin jossain vaiheessa tahmeuden ja tarttuvuuden parantamiseksi. Se voidaan lisätä kantajafaasin, suspendoidun tärkkelysfaasin tai molempien faasien valmistuksessa. Kun osa booripitoisesta yhdisteestä on lisätty kantajafaasin valmistuksen aikana ja se parantaa myös lopullisen liimatuotteen viskositeettis-

tabiiliutta. Edullista on kuitenkin lisätä suurin osa booripitoisesta yhdisteestä suspendoituun tärkkelysfaasiin.

Lisättäessä booripitoinen yhdiste kantajafaasin valmistuksen aikana sitä lisätään määrinä 0,03 - 1 osaa 100 kantajafaasiosaa kohti tai määrinä 0,01 - 0,3 osaa 100 aaltopahviliimaosaa kohti. Booripitoista yhdistettä lisätään suspendoituun tärkkelykseen noin 0,3 - 1 osaa 100 aaltopahviliimaosaa kohti.

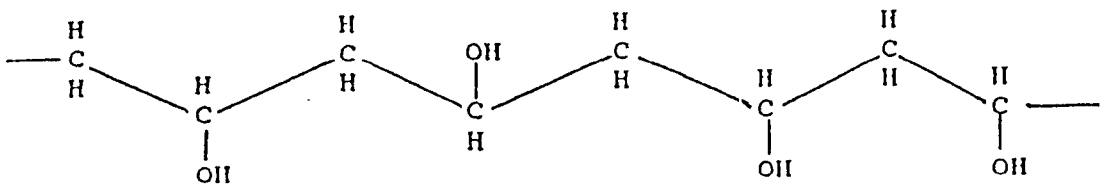
Kantajafaasi lisätään vähitellen suspendoituun tärkkelysfaasiin sekoittamalla suspendoitua tärkkelysfaasia jatkuvasti. Suspendoidun tärkkelysfaasin lämpötila pidetään noin 90 - 105 °F:ssa kyseisen vähittäisen lisäyksen aikana. Lisätyn kantajafaasin määrä on noin 15 - 50 osaa 100 liimaosaa kohti.

Vesitiivistä tai vedenkestävää hartsia voidaan lisätä suspendoituun tärkkelykseen milloin tahansa määränä noin 0,5 - 5 osaa 1000 liimaosaa kohti. On edullista lisätä hartsi sen jälkeen kun kaikki muut liimanvalmistuksen vaiheet on tehty.

Keksinnön mukaisen koostumuksen yksittäiset komponentit on esitetty yksityiskohtaisesti jäljempänä yhdessä niiden edullisten toteutusten kuvauksen kanssa.

Polyvinyylialkoholi

Polyvinyylialkoholi on polyhydroksi sekundaarinen alkoholi, joka on johdettu sarjasta vinyylialkoholimonomeeriyksiköitä, joita sinällään ei ole olemassa. Polyvinyylialkoholin rakenne on esitetty seuraavassa, ilman aikomusta esittää minkäänlaista taktisuutta.



Polymeeri valmistetaan ensin polyvinyyliasetaattina. Sen molekyylipainoa voidaan ohjata polymerointioloja muuttelemalla. Keskimääräinen molekyylipaino vaihtelee yleensä välillä noin 9000 - 186 000 molekyylipainoyksikköä, mutta se voi olla pienempi tai suurempi. Riippuen polymeerin ominaisuuksista, joita halutaan tiettyyn sovellutukseen asetaatti hydrolysoidaan sitten, muttei välttämättä loppuun. Hydrolyysiaste voi teoreettisesti olla 0 - 100 %, mutta kaupallisissa tuotteissa yleensä alueella 78 - 100 % (mikä tarkoittaa, että kaupallisissa tuotteissa missä tahansa kohden polyvinyylialkoholia voi olla asetaattista funktionaalisuutta 0 - 22 %). Tahmennettuja polyvinyylialkoholilaatuja, jotka on saatu täysin hydrolysoidusta, jo booratusta polyvinyylialkoholista, on myös kaupallisesti saatavana. On määritetty, että näillä tuotteilla saadaan parempi veden kestävyys, mutta monet niistä ovat erittäin viskoottisia, eivät dispergoidu helposti ja ne voivat aiheuttaa geeliytymisongelmia aaltopahvisovellutuksissa.

Polyvinyylialkoholin kemiaa ja ominaisuuksia on esitetty yksityiskohtaisemmin teoksessa Encyclopedia of Polymer Science and Technology, vol 14, kappale V (John Wiley & Sons, Inc., 1971). Erityisesti liukoisuutta on tarkasteltu sivuilla 162 - 163, jossa esitetään, että osittain hydrolysoituneet polyvinyylialkoholit liukenevat kylmään veteen ja täydellisemmin hydrolysoidut polyvinyylialkoholit eivät. Liukoisuus kylmään veteen mitataan yleensä teollisuudessa vallitsevassa 22 °C:n lämpötilassa sekoittajaa käyttäen.

Keksinnössä käytettävä polyvinyylialkoholi liukenee kylmään veteen, sen molekyylipaino on alle noin 30 000, edullisesti alle noin 15 000 ja edullisimmin alle noin 11 000 molekyylipainoyksikköä ja sen hydrolyysiaste on pienempi kuin 92 %, edullisesti alle 88 %. Sopivia kaupallisia polyvinyylialkoholeja ovat AIRVOL^{R} 603, AIRVOL^{R}

203, GELVATOL[R] 40-10 sekä GELVATOL[R] 40-20, joita myy Air Products and Chemicals, Inc., Polymer Chemical Division, Allentown, Pennsylvania 18795 U.S.A. Keksinnössä käytettävien polyvinyylialkoholien viskositeetti on noin 2 - 20 senttipoisia, edullisesti noin 2 - 4 senttipoisia 68 °F (20 °C) lämpötilassa 4 %:ssa liuoksessa.

Kantajafaasitärkkelys tai dekstriini

Vaikka modifioimatonta tärkkelystä voidaankin käyttää keksinnön mukaisen kantajafaasin valmistuksessa, on modifioitu tärkkelys edullinen, koska se mahdollistaa oleellisesti suuremman kiintoainemäärän liukenemisen (jopa kaksinkertaisen määrän modifioimattomalla tärkkelyksellä saatuun nähden) liimakoostumuksissa ja sen vuoksi suo paremman vihreän sidoksen ja liimaominaisuuksien kehittymisen. Syynä on se, että modifioidut tärkkelykset, vesipastoina, ovat vähemmän viskoottisia kuin modifioimattomat kumppaninsa ja sen johdosta ne voivat "kuljettaa" enemmän gelatinoitumatonta tärkkelystä käytännöllisillä viskositeeteilla.

Modifioitu tärkkelys, jota keksinnössä käytetään, voi olla modifioitu mekaanisesti, kemiallisesti tai lämmön avulla. Modifioimattomiin tärkkelyksiin verrattuna modifioimattomilla tärkkelyksillä on usein ylivoimaiset fysikaaliset ominaisuudet kuten parantunut liukoisuus, parempi kalvon muodostus, parempi valkoisuus, parempi geelilujuus, viskositeettistabiilius, parempi tarttuvuus, parempi leikkauskestävyys ja parantunut kestävyys jäätymis-sulamishajoamiselle. Sopivia kemiallisesti modifioituja tärkkelyksiä ovat modifioidut hapetetut tärkkelykset kuten hypokloriitti-hapetettu tärkkelys, happo-ohennettu tärkkelys, etyloitu tärkkelys, silloitettu tärkkelys ja muut, joilla on pienempi molekyylipaino, parempi juoksevuus ja/tai funktionaalisia sivuryhmiä. Esimerkkejä kemiallisesti modifioiduista tärkkelyksistä, joita voidaan käyttää keksinnössä ja jotka ovat kaupallisia, ovat SUREBOND[R]- tai

STABLEBOND^{R}- modifioidut tärkkelykset, joilla on karboksyylistä jäännösfunktionaalisuutta ja jotka ovat erittäin tasaisia ja joita myy Corn Products Unit of International Inc., P.O. Box 8000, Englewood Cliffs, New Jersey 07632 U.S.A.

Modifioimattomat tärkkelykset, joita voidaan käyttää kantajafaasissa, ovat samoja, joita esitetään jäljempänä suspensiofaasitärkkelyksen esittelyssä.

Dekstriinit, joita voidaan käyttää kantajafaasissa, on valmistettu kuumentamalla tärkkelystä erilaisissa oloissa kuten lähemmin esitetään teoksessa Whistler, R.L. et al., Starch: Chemistry and Technology, 2. painos, kappale XX, sivut 596 - 6077, Academic Press Inc. (New York, 1984).

Suspensiofaasitärkkelys

Suspensiofaasissa käytettävä modifioimaton tärkkelys on kulutuskemikaali, jota valmistetaan lukuisien kasvien juurista, rungosta tai hedelmistä. Se on korkean molekyylipainon omaava hiilihydraattipolymeeri, joka käsittää lineaariset ja haaroittuneet polysakkaridipolymeerit. Modifioitua tärkkelystä voidaan käyttää suspensiofaasitärkkelyksenä, mutta modifioimaton tärkkelys on taloudellisempi. Käytettäessä tässä termiä "tärkkelys" viittauksissa suspensiofaasitärkkelykseen, siihen tarkoitetaan kuuluvaksi sekä modifioimaton että modifioitu tärkkelys ellei toisin ole mainittu.

Booripitoinen yhdiste

Kaikkia booriyhdisteitä, joissa on vapaita hydroksyyliryhmiä booriatomeihin kiinnittyneinä, voidaan käyttää. Tavallisimmin käytettyjä yhdisteitä ovat kaupallinen boorihappo (ortoboorihappo H_3BO_3 ja sen hydratut muodot $H_3BO_3 \cdot xH_2O$) ja booraksi (natriumtetraboraattidekahydraatti, $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ja muut hydraatit ja vedettömät muodot).

Lipeä

Kaikkia vahvoja emäksiä voidaan käyttää, mutta edullisia ovat alkalimetallihydroksidit. Edullisimpia ovat natrium- ja kaliumhydroksidi.

Vesitiivis ja vedenkestävä hartsi

Edullisia vesitiivittä tai vedenkestäviä hartseja ovat sellaiset, jotka perusväliaineessa kuumennettaessa kehittävät silloittavia ryhmiä, jotka reagoivat ja silloittuvat kaikkien vapaiden hydroksyyliryhmien kanssa tärkkelys- tai polyvinyylialkoholimolekyyleissä. Silloittuminen alentaa tärkkelys- ja polyvinyylialkoholimolekyylien hydrofiilistä luonnetta ja vesiliukoisuutta poistamalla tehokkaasti vedelle vapaat hydroksyyliryhmät ja kehittämällä hydrofobisia, alifaattisia alkyleenityyppisiä silloitusosuuksia. Kondensaatiotuotteet ketoni- ja aldehydiyhdisteen reaktiosta ovat sopivia. Nämä polymeerit ovat luonteenomaisesti polyeetteripolymeerejä, mutta ne voivat sisältää erilaisia muita monomeereja kuten ureaa, melamiinia ja vastaavia. Edullisimpia hartseja ovat asetoni-formaldehydihartsit, asetoni-urea-formaldehydihartsit ja asetoni-melamiini-formaldehydihartsit, jotka käsittävät noin 1,5 - 3 paino-% asetonia, noin 5 - 50 paino-% formaldehydiä ja noin 0 - 15 % kolmatta monomeeria. Kaupallinen silloitushartsi, joka sopii käytettäväksi keksinnössä, ovat ASTROMELR-sarjan hartsit, joita valmistaa Astro Industries Inc., 114 Industrial Boulevard, P.O. Box 2559, Morganton, North Carolina 28655 U.S.A.

Esimerkit

Valmistettiin useita aaltopahvinäytteitä käyttäen tavanomaisia aalotuskoneita. Tärkkelyksen valmistusasema oli tavallinen Stein-Hall -systeemi, jota valmistaa The Ringwood Co., 1150 W. 40th Street, Chicago, Illinois 60609 U.S.A ja jossa oli 250-gallonan sekundaarisekoittaja. Veden ja lipeän tilavuus mitattiin ja modifioimaton tärkkelys lisättiin kiintoainelisäyssysteemin läpi lastausken-

noja käyttäen. Booraksi ja vesi mitattiin ja lisättiin manuaalisesti. Kantajatärkkelys (STABLEBOND ja SUREBOND), jotka oli pakattu 50-paunan säkkeihin, lisättiin 50-paunan suuruisina.

Pahvinäytteissä oli sekaisin yksi- ja kaksikerroksisia samoin kuin eri painoisia papereita.

Komponentit, jotka olivat yhteisiä sekä STABLEBOND- että SUREBOND-testeissä, olivat polyvinyylialkoholi (PVOH), 50 % natriumhydroksidi (NaOH), 5 ml booraksia ($Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$) sekä vedenkestävä hartsi ASTROMEL NW 6W. ASTROMEL NW 6V on metyloitu melamiini-formaaldehydihartsi, jossa kiintoainetta on 72 - 74 %.

STABLEBOND G-551 ja AIRVOL-603

Valmistettiin sarja näytteitä käyttäen STABLEBOND G-551 -modifioitua tärkkelystä ja AIRVOL 603- polyvinyylialkoholia. STABLEBOND G-551 on kemiallisesti modifioitu, hapetettu maissitärkkelys ja AIRVOL 603:n hydrolyysiaste on noin 78 - 82 %, arvioitu lukukeskimääräinen molekyylipaino 9 000 - 10 000 ja viskositeetti noin 2,7 - 3,5 senttipoisia 4 %:n liuoksessa 68 °F:ssa (20 °C).

Liiman kehitys ja valmistus keskittyi kaksoistaustapuolelle koska juuri se on rajoittava tekijä sekä pahvin laadulle että konenopudelle. Alunperin käytettiin tavallista kaavaa liiman valmistamiseksi STABLEBOND G-551.n kanssa, mutta enemmän lipeän lisääminen oli tarpeen polyvinyylialkoholilisäyksen vuoksi. Oli merkkejä siitä, että polyvinyylialkoholi kulutti vähän lipeästä, koska lopullisten pastojen geeliytymispisteet ryömivät ylemmäksi kun polyvinyylialkoholi eneni. Lipeä alentaa geeliytymispistettä. Geeliytymispisteen kohoaminen osoitti sen vuoksi että lipeää kului.

Pastan viskositeettit olivat alussa korkeita, mutta kun tärkkelyksen määrää (sekä modifioidun kantajatärkkelyksen että modifioimattoman suspensiofaasitärkkelyksen) säädettiin viskositeetit asettuivat oikeille tasoilleen.

Polyvinyylialkoholi ei liuennut täysin primaarisekoittajassa, koska valkoista partikkelimaista ainetta oli nähtävissä, mutta se dispergoitui aivan heti vaahdoten vähän. Polyvinyylialkoholia lisättiin prosentin verran kaikesta seoksessa käytetystä tärkkelyksestä. Esimerkiksi 2 % PVOH:ta merkitsee 31 paunaa polyvinyylialkoholia sekoitettuna 1550 paunan kanssa tärkkelyshelmiä. Kokeissa käytetyt STABLEBOND- ja polyvinyylialkoholimäärät (taulukoissa lyhennys "PVOH") on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1

STABLEBOND G-511- ja polyvinyylialkoholikaksoistaustaliimojen koostumukset

PVOH-%	**0**	**2**	**3**	**5**	**7***
Prim. sekoittaja					
Vettä, gal	100	100	100	100	100
PVHO, lbs	0,0	31	46,5	75	105
Sek., min	0	5	5	5	5
STABLEBOND, lbs.	300	250	250	200	200
Lämpötila, °F	150	150	150	150	150
Lipeä, lbs	47,2	47,2	47,2	47,2	47,2
Sek., min	20	20	20	20	20
Jäähd.vesi, gal.	90	90	90	90	90
Sek.. min	5	5	5	5	5
Sekundaarisekoittaja					
Vettä, gal	390	400	400	400	400
Lämpötila, °F	90	90	90	90	90
5-mol Borax, lbs.	27	27	27	27	27
Tärkkelyshelmiä	1400	1300	1300	1300	1300
ASTROMEL hartsi, lbs.	100	100	100	100	100
Loppuseos					
Kaadetaan prim. sekoittajan sissältö sekund. sekoittajaan 20 - 30 minuutin aikana. Sekoitetaan 10 minuuttia. Mitataan viskositeetti ja geeliytymislämpötila ennen pumppaamista varastoon.					
Viskositeetti, sek. (Stein-Hall)	45	36	49	30	-
Geeliyt. lämpöt.	142	148	148	150	-
Sakeus	27,3	25,7	25,9	26,2	26,2

*Tehtiin 7 % PVHO-liima, mutta se hylättiin koska se oli liian viskoottinen ja sillä ole vaalean kumin tekstuuri.

Koejaksoa edustavat aaltopahvinäytteet otettiin ja jätettiin Container-Quinn Testing Laboratories Inc:lle, 170 Shepard Avenue, Wheeling, Illinois 60090 U.S.A. niitti-adheesiota ja vapaaehtoista kerrosten erottumista (vedenkestävyys) varten käyttäen Technical Association of the

Pulp and Paper Industry Inc., (TAPPI), One Dunwoody Park, Atlanta, Georgia 30341 U.S.A -menetelmiä T821 ja T812 vastaavasti. (Menetelmien yksityiskohdat on esitetty julkaisussa TAPPI Test Methods 1989, jota saa TAPPIlta.)

Container-Quinn teki lisätestin, jota kutsutaan märkäniittiadheesioksi, joka ei ole osa TAPPI-menetelmistä, mutta joka usein on käyttökelpoinen. Ero kuivan ja märän niittiadheesion välillä on se, että märkäniittiadheesiotestissä pahvinäytteitä liotetaan vedessä tunnin ajan ennen T821-niittiadheesiotestin suoritusta.

Vapaaehtoinen kerrosten erotusmenetelmä on vedenkestävyyskoe, jossa pahvinäytteet upotetaan pystysuorina vesihauteeseen 24 tunniksi huoneen lämpötilassa. Näytteet poistetaan vesihauteesta ja lainerin ja keskiosan erottumista tutkitaan.

Taulukko 2

STABLEBOND G-551- ja polyvinyylialkoholiliimalla valmistetun kaksoistaustakartongin fysikaalinen testaus

Näyte nro	Kerr. erott. T812	Kuiva niittiadheesio T821 lbs.4 in^2 (pettämisen syy)	Märkä niittiadheesio lbs. MSF (pettämisen syy)
Pahvi 1 0 % PVOH (vertailu)	petti	59 (100 % kuitujen repeäminen)	3,1 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)
Pahvi 2 2 % PVOH	kesti	69 (80 % kuitujen repeäminen) (20 % liimasidos)	4,2 (100 % liimasidos)
Pahvi 3 3 % PVOH	kesti	70 (95 % kuitujen repeäminen) (5 % liimasidos)	5,7 (5 % kuitujen repeäminen) (5 % liimasidos)
Pahvi 4 3 % PVOH	kesti	73 (75 % kuitujen repeäminen) (25 % liimasidos)	3,9 (100 % liimasidos)
Pahvi 5 5 % PVOH	petti	70 (60 % kuitujen repeäminen) (40 % liimasidos)	2,0 (100 % liimasidos)

Kuten edellä esitetään oli parantumista sekä kuiva- että märkäniittiadheesiossa 2 - 3%:n polyvinyylialkoholinäytteillä ja ne myös läpäisivät vedenkestävän kerrosten erottumistestin (lyhennetty taulukossa "Kerr. erott.". Vaikka 5 %:n polyvinyylialkoholi näytteet eivät läpäisseetkään märkäniittiadheesio- ja kerrosten erottumistestejä, niiden kuivaniittiadheesio parani.

Konenopeudessa oli rajallinen parannus. Esimerkiksi 90-26-90-26-90 AC-kaksikerroskartonki, joka oli valmistettu 3 %:lla polyvinyylialkoholiliimaa, ajettiin nopeu-

della 320 jalkaa minuutissa (fpm)kun se tavallisesti voitaisiin ajaa nopeudella 200 fpm. Kirjaimet "A" ja "C" viittaavat aallotuksen kokoon ("A" tarkoittaa aaltoa, jonka korkeus on 0,185 tuumaa (0,470 cm) ja aaltoja on 33,5 jalkaa kohti (110 metrillä) ja "C" tarkoittaa aaltoa, jonka korkeus 0,412 tuumaa (0,36 cm) ja aaltoja on 39 jalkaa kohti (128 metrillä) ja numerot viittaavat paperin painoon (90 lb paperi merkitsee, että 1000 neliöjalkaa paperia painaa 90 lbs.). Numerosarja määrittelee pahvin rakenteen, niin että 90-26-90-26-90 -kartonki on kaksikerroskartonki, jonka jossa lainerina on käytetty 90 lb paperia ja keskiosana (aallotusosana) on käytetty 26 lb paperia. Muut kombinaatiot 3 %:n polyvinyylialkoholin kanssa, kuten esim. kaksikerros-AC 69-26-69-26-69 ajettiin nopeudella 325 fpm ja 42-26-42-26-69 ajettiin nopeudella 480 fpm. 2 % polyvinyylialkoholiliimalla aaltopahviyhdistelmä 62-30-42-30-62 ajettiin nopeudella 300 fpm kun taas 5 % polyvinyylialkoholiliimalla ajettiin 42-26-42-26-69-aaltopahvi huippunopeudella 480 fpm. Aallotus voitiin ajaa nopemmin kun polyvinyylialkoholia lisättiin. Rajoittava tekijä useimmissa tapauksissa oli mekaaninen eikä liimakäyttäytyminen.

SUREBOND G-550 ja AIRVOL-603

Toinen näytesarja tehtiin käyttäen SUREBOND G-550 -modifioitua tärkkelystä ja AIRVOL-603 -polyvinyylialkoholia. SUREBOND G-550 on kemiallisesti modifioitu, hapetettu maissitärkkelys, jota on hapettetu enemmän kuin STABLEBOND G-551:tä.

Tämän sarjan aikana valmistettiin yksittäisiä viskositeettiliimoja, joita käytettiin sekä yksipinta- että kaskoistaustapuolilla. Kun yleinen kaava liiman valistamiseksi SUREBOND G-550:lla oli löydetty lipeää lisäämällä polyvinyylialkoholilisäyksen tuloksena kuluneen lipeän korvaamiseksi valmistettiin seuraavat liimat, jotka on esitetty taulukossa 3.

Taulukko 3

Kaksoistausta- ja yksipintakartongin valmistukseen käytettyjen SUREBOND G-550- ja polyvinyylialkoholi Single Viscosity -liimojen koostumukset

PVOH-%	**0**	**1,0**	**1,5**	**2,0**	**3,0**
Prim. sekoittaja					
Vettä, gal	100	100	100	100	100
PVHO, lbs	0	16	24	32	48
Sek., min	5	5	5	5	5
SUBERBOND, lbs.	300	300	300	300	300
Lämpötila, °F	150	150	150	150	150
Lipeä, lbs	52	52	52	52	52
Sek., min	20	20	20	20	20
Jäähd.vesi, gal.	90	90	90	90	90
Sek.. min	5	5	5	5	5
Sekundaarisekoittaja					
Vettä, gal	390	400	400	400	400
Lämpötila, °F	90	90	90	90	90
5-mol Borax, lbs.	38	35	31	31	31
Tärkkelyshelmiä	1300	1300	1300	1300	1300
ASTROMEL hartsi, lbs.	100	100	100	100	100
Loppuseos					
Kaadetaan prim. sekoittajan sissältö sekund. sekoittajaan 20 - 30 minuutin aikana. Sekoitetaan 10 minuuttia. Mitataan viskositeetti ja geeliytymislämpötila ennen pumppaamista varastoon.					
Viskositeetti, sek. (Stein-Hall)	34	38	32	48	67
Geeliyt. lämpöt.	144	144	143	145	147
Sakeus, %	26,3	26,1	26,1	26,2	26,4

Tässä sarjassa käytettiin pienempiä polyvinyylialkoholipitoisuuksia verrattuna sarjaan, jossa käytettiin STABLEBOND G-551:tä. Tämä mahdollisti Stein-Hall-viskositeettin pitämisen 35 - 55 sekunnin alueella samalla kun korkea sakeus maksimaalista vedenkestävyyttä varten säilyi. STABLEBOND G-551 -kokeessa huomattiin myös, ettei

suurempien polyvinyylikonsentraatioiden käytöllä näyttänyt olevan mitään erityistä etua. Aalltotuskone toimi aivan yhtä nopeasti 2 % polyvinyylialkoholilla kuin 5 % polyvinyylialkoholilla; silti korkean polyvinyylialkoholipitoisuuden omaavat liimat (5 - 7 %) hyvin erilaisia kuin tavalliset pastat sen suhteen, että ne ollivat "kumimaisempia" ja liukkaita.

Aaltopahvinäytteille tehtiin taaskin Container-Quinn samoja testejä varten kuin mitä tehtiin STABLEBOND G-551 -sarjassa. Tulokset on esitetty taulukossa 4.

Taulukko 4

SUREBOND G-550- ja polyvinyylialkoholiliimalla valmistetun kartongin fysikaalinen tislaus

Näyte nro Aallotus-osa Nopeus Pahvi Koostumus	Kerr. erott. T812	Kaksoistaustapuoli Kuiva-niittiadheesio T821 lbs.4 in^2 (pettämisen syy)	Märkä-niittiadheesio lbs. MSF (pettämisen syy)
Pahvi 1 0 % PVOH Vertailu 200 fpm 42-30-42	kesti	62 (15 % kuitujen repeäminen) (85 % liimasidos)	3,2 (15 % kuitujen repeäminen) (85 % liimasidos)
Pahvi 2 1 % PVOH 224 fpm 69-30-69-30-69	kesti	98 (70 % kuitujen repeäminen) (30 % liimasidos)	5,5 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)
Pahvi 3 1,5 % PVOH 139 fpm 90-30-42-30-90	kesti	70 (80 % kuitujen repeäminen) (20 % liimasidos)	6,0 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)
Pahvi 4 2,0 % PVOH ei lämpöä 177 fpm 90-26-42-26-90	kesti	90 (95 % kuitujen repeäminen) (5 % liimasidos)	4,8 (10 % kuitujen repeäminen) (90 % liimasidos)
Pahvi 5 2,0 % PHOH lämmitys kaks. taust. puolelta 177 fpm 90-26-42-26-90	kesti	98 (100 % kuitujen repeäminen)	4,7 (10 % kuitujen repeäminen) (90 % liimasidos)
Pahvi 6 2,0 % PVOH ei lämmitystä 285 fpm 69-30-90	kesti	78 (35 % kuitujen repeäminen) (65 % liimasidos)	3,2 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)

Näyte nro Aallotus-osa Nopeus Pahvi Koostumus	Kerr. erott. T812	Kaksoistaustapuoli Kuiva-niittiadheesio T821 lbs.4 in^2 (pettämisen syy)	Märkä-niittiadheesio lbs. MSF (pettämisen syy)
Pahvi 7 2,0 % PVOH lämmitys kaks. taust. puolelta 285 fpm 69-30-90	kesti	55 (90 % kuitujen repeäminen) (10 % liimasidos)	2,0 (100 % liimasidos)
Pahvi 8 3 % PVOH 355 fpm 90-26-90	kesti	113 (90 % kuitujen-repeäminen) (10 % liimasidos)	5,0 (10 % kuitujen repeäminen) (90 % liimasidos)
Pahvi 9 3 % PVHO 407 fpm 90-26-90	kesti	113 (95 % kuitujen repeäminen)	5,2 (100 % liimasidos)
Pahvi 10 3 % PVOH 450 fpm 90-26-90	kesti	109 (80 % kuitujen repeäminen) (20 % liimasidos)	5,7 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)
Pahvi 11 3 % PVOH 505 fpm 90-26-90	kesti	95 (60 % kuitujen repeäminen) (40 % liimasidos)	3,6 (100 % liimasidos)
Pahvi 1 0 % PVOH Vertailu 200 fpm 42-30-42	kesti	80 (35 % kuitujen repeäminen) (65 % liimasidos)	5,5 (35 % kuitujen repeäminen) (65 % liimasidos)
Pahvi 2 1 % PVOH 224 fpm 69-30-69-30-69	kesti	108 (95 % kuitujen repeäminen) (10 % liimasidos)	6,8 (100 % liimasidos)
Pahvi 3 1,5 % PVOH 139 fpm 90-30-42-30-90	kesti	113 (90 % kuitujen repeäminen) (10 % liimasidos)	5,6 (100 % liimasidos)

Näyte nro Aallotus-osa Nopeus Pahvi Koostumus	Kerr. erott. T812	Kaksoistaustapuoli Kuiva-niittiadheesio T821 lbs.4 in^2 (pettämisen syy)	Märkä-niittiadheesio lbs. MSF (pettämisen syy)
Pahvi 4 2,0 % PVOH ei lämpöä 177 fpm 90-26-42-26-90	kesti	100 (85 liimasidos) (15 % liimasidos)	5,1 (10 % liimasidos) (90 % liimasidos)
Pahvi 5 2,0 % PHOH lämmitys kaks. taust. puolelta 177 fpm 90-26-42-26-90	kesti	102 (65 % kuitujen repeäminen) (35 % liimasidos)	4,2 (20 % kuitujen repeäminen) (80 % liimasidos)
Pahvi 6 2,0 % PVOH ei lämmitystä 285 fpm 69-30-90	kesti	83 (50 % kuitujen repeäminen) (50 % liimasidos)	3,0 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)
Pahvi 7 2,0 % PVOH lämmitys kaks. taust. puolelta 285 fpm 69-30-90	kesti	82 (20 % kuitujen repeäminen) (80 % liimasidos)	1,9 (100 % liimasidos)
Pahvi 8 3 % PVOH 355 fpm 90-26-90	kesti	115 (95 % kuitujen-repeäminen) (5 % liimasidos)	4,9 (10 % kuitujen repeäminen) (90 % liimasidos)
Pahvi 9 3 % PVHO 407 fpm 90-26-90	kesti	107 (95 % kuitujen repeäminen) (5 % liimasidos)	5,8 (20 % kuitujen) repeäminen) (80 % liimasidos)

Näyte nro Aallotus-osa Nopeus Pahvi Koostumus	Kerr. erott. T812	Kaksoistaustapuoli Kuiva-niittiadheesio T821 lbs.4 in^2 (pettämisen syy)	Märkä-niittiadheesio lbs. MSF (pettämisen syy)
Pahvi 10 3 % PVOH 450 fpm 90-26-90	kesti	105 (100 % kuitujen repeäminen)	5,9 (15 % kuitujen repeäminen) (85 % liimasidos)
Pahvi 11 3 % PVOH 505 fpm 90-26-90	kesti	90 (60 % kuitujen repeäminen) (40 % liimasidos)	4,1 (5 % kuitujen repeäminen) (95 % liimasidos)

Pahvinäytteitä 5 ja 7 kuumennettiin minuutin ajan 350 °F:ssa kaksoistaustapuolelta käyttäen staattista esikuumenninta, jotta nähtäisiin nousisiko hartsi-PVOH-tärkkelys-silloittuminen vielä lisää. Tuntui siltä, että konenopeuden noustessa aika saattoi olla riittämätön kovetusprosessille. Niittiadheesio- eivätkä kerrosten erottumis-Oulokset osoittaneet kuitenkaan merkittävää muutosta tavallisen tuotannon ja lisäkuumennetun aaltopahvin välillä. Sen vuoksi aikaa ja lämpöä oli riittävästi tavallisen tuotannon aikana ja liimautuminen - polyvinyylialkoholin,

Pahvinäytteitä 5 ja 7 kuumennettiin minuutin ajan 350 °F:ssa kaksoistaustapuolelta käyttäen staattista esikuumenninta, jotta nähtäisiin nousisiko hartsi-PVOH-tärkkelys-silloittuminen vielä lisää. Tuntui siltä, että konenopeuden noustessa aika saattoi olla riittämätön kovetusprosessille. Niittiadheesio- eivätkä kerrosten erottumis-Oulokset osoittaneet kuitenkaan merkittävää muutosta tavallisen tuotannon ja lisäkuumennetun aaltopahvin välillä. Sen vuoksi aikaa ja lämpöä oli riittävästi tavallisen tuotannon aikana ja liimautuminen - polyvinyylialkoholin, hartsin ja tärkkelyksen silloittuminen meni ilmeisesti loppuun.

Niittiadheesiotulokset olivat suuremmat näytteissä, joihin oli lisätty polyvinyylialkoholia, vertailunäytteeseen verrattuna. Oli mielenkiintoista havaita, että suurin osa aaltopahvin hylkäämisistä johtui kuidun repeämisestä pikemmin kuin liimasidoksesta, mikä osoitti sidoksen olevan ylivimainen polyvinyylialkoholin kanssa.

Vedenkestävä kerrosten erottumistesti onnistui kaikille näytteille vertailunäyte mukaan luettuna. Se oli odotettavissa koska eräs SUREBOND G-550:n ominaisuuksista on tehdä erittäin vedenkestäviä ja vesitiiviitä aaltopahveja laatuhartsien kanssa käytettynä.

Sarjan aikana aallotuskoneen kanssa oli paljon mekaanisia ongelmia, mutta silti onnistuttiin ajamaan suuremmilla nopeuksilla, erityisesti kun valmistettiin 3 % polyvinyylialkoholiliima. Eräässä kohdassa pystyttiin ajmaan 505 fpm nopeudella, mikä oli merkittävästi nopeampi kuin tavallisesti käytetty 200 fpm.

Vaikka niittiadheesion tuloksissa olikin parantumista käytettäessä joko STABLEBOND G-551:tä tai SUREBOND G-550:a, salli SUREBOND G-550 suuremman joustavuuden formuloinnissa kattamalla laajemman sakeusalueen halutun liiman valmistamiseksi. Kun esimerkiksi polyvinyylialkoholia lisättiin tärkkelysliimaan, viskositeetti nousi; viskositeetin pitämiseksi työskentelytasolla aallotuksessa oli kantajatärkkelyksen määrää vähennettävä tai käytetyn veden tilavuutta lisättävä. Kumpikin vaihe alentaa sakeutta ja pyrkii vaikuttamaan haitallisesti aaltopahvin veden kestävyyteen. Eräs SUREBOND G-550:n perusominaisuuksista on alentaa pastan viskositeettia, mikä merkitsee, että polyvinyylialkoholi- ja tärkkelyskiintoaineita voidaan lisätä liimakoostumukseen enemmän samalla kun viskositeetti pysyy käytännöllisenä. Yleensä sakeus oli 1 % suurempi SUREBOND G-550 -sarjassa kuin STABLEBOND G-551-sarjassa.

Kuivaniittiadheesio parani 30 - 40 % polyvinyylialkoholilisäyksellä ja sidoksen pettäminen johtui kuidun

repeämisestä pikemmin kuin liimasidoksen pettämisessä. Märkäniittitulokset osoittavat 20 - 30 %:n parannusta, mutta aaltopahvin pettämisessä oli muutosta, sillä suurin osa siitä tapahtui sidoksessa eikä kuiturepeämisinä. Eroja kerrosten erottumisessa, jos sellaista oli, ei havaittu SUREBOND G-550 polyvinyylialkoholisarjassa, mutta parantunut veden kestävyys havaittiin STABLEBOND G-551-polyvinyylialkoholisarjassa.

Kun keksinnön yleinen luonne ja eräät erityiset esimerkit ovat tuulleet esitetyiksi, esitetään keksinnön piiri nyt tarkemmin seuraavissa patenttivaatimuksissa.

Patenttivaatimukset

1. Aaltopahviliimakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää vesiemulsion, joka sisältää keskenään sekoitettuina kantajafaasin ja suspendoidun tärkkelysfaasin, kantajafaasin sisältäessä vettä, noin 0,04 - 3 osaa 100 liimakoostumusosaa kohti kylmään veteen liukoista polyvinyylialkoholia, joka hydrolysoituu in situ yli noin 95 % hydrolyysiasteeseen, noin 2 - 10 osaa 100 liimakoostumusosaa kohti tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä, riittävästi lipeää pH:n tekemiseksi alkaliseksi,ja suspendoidun tärkkelysfaasin sisältäessä vettä, noin 10 - 30 osaa tärkkelystä 100 liimakoostumusosaa kohti, ja noin 0,3 - 1 osa booripitoista yhdistettä 100 aaltopahviliimakoostumusosaa kohti, jolloin booripitoinen yhdiste voi olla sekoitettuna joko kantajafaasiin, suspendoituun tärkkelysfaasiin tai molempiin.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 92 % ennen in situ -hydrolyysiä.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin molekyylipaino on pienempi kuin noin 15 000 molekyylipainoyksikköä ja hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 88 % ennen in situ -hydrolyysiä.

4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää lisäksi vesitiiviiksi tai vedenkestäväksi tekevää hartsia noin 0,5 - 5 osaa 100 liimakoostumusosaa kohti.

5. Kantajafaasikoostumus käytettäväksi aaltopahviliimakoostumuksissa, t u n n e t t u siitä, että vesiemulsiona se käsittää vettä, noin 0,1 - 10 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti kylmään veteen liukoista polyvinyylialkoholia, joka hydrolysoituu in situ yli noin

95 %:n hydrolyysiasteeseen, noin 5 - 30 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä, ja riittävästi lipeää pH:n tekemiseksi alkaliseksi.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää edelleen noin 0,03 - 1 osaa booripitoista yhdistettä 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti.

7. Patenttivaatimuksen 5 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 92 % ennen in situ -hydrolyysiä.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 88 % ennen in situ -hydrolyysiä.

9. Menetelmä kantajafaasikoostumuksen valmistamiseksi aaltopahviliimakoostumuksissa käytettäväksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää seuraavat peräkkäiset vaiheet jatkuvasti sekoittaen:

a) sekoitetaan veden kanssa noin 0,1 - 10 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti kylmään veteen liukoista polyvinyylialkoholia, jonka hydrolyysiaste on pienempi kuin 92 % ja noin 5 - 30 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä;

b) kuumennetaan seos noin 52 - 74°C:n (125 - 165°F) lämpötilaan;

c) lisätään riittävästi lipeää pH:n tekemiseksi alkaliseksi samalla kuumentaen riittävän aikaa ja riittävässä lämpötilassa polyvinyylialkoholin hydrolysoimiseksi yli noin 95 %:n hydrolyysiasteeseen; ja

d) lisätään vettä.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin molekyy-

lipaino on alle noin 15 000 molekyylipainoyksikköä ja hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 88 % ennen in situ -hydrolyysiä.

11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että siinä on lisäksi vaihe, jossa lisätään noin 0,03 - 1 osaa booripitoista yhdistettä 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti.

12. Menetelmä aaltopahviliimakoostumuksen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että siinä on seuraavat peräkkäiset vaiheet ja jatkuva sekoitus:

a) sekoitetaan veden kanssa noin 10 - 30 osaa tärkkelystä 100 aaltopahviliimakoostumuksen osaa kohti ja noin 0,3 - 1 osa booripitoista yhdistettä 100 aaltopahviliimakoostumusta kohti pitäen lämpötila noin 32 - 41°C:ssa (90 - 105 °F);

b) lisätään sekaan noin 15 - 50 osaa kantajafaasikoostumusta 100 aaltopahviliimakoostumuksen osaa kohti pitäen lämpötila noin 52 - 74°C:ssa (125 - 165 °F), jossa kantajafaasi on tehty ennalta seuraavilla peräkkäisillä vaiheilla jatkuvasti sekoittaen:

c) sekoitetaan veden kanssa noin 0,1 - 10 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti kylmään veteen liukoista polyvinyylialkoholia, jonka hydrolyysiaste on pienempi kuin 92 % ja noin 5 - 30 osaa 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti komponenttia, joka on tärkkelys, modifioitu tärkkelys tai dekstriini;

d) kuumennetaan seos noin 52 - 74°C:n (125 - 165 °F) lämpötilaan;

e) lisätään sekaan riittävästi lipeää pH:n tekemiseksi alkaliseksi samalla kuumentaen riittävän aikaa ja riittävässä lämpötilassa polyvinyylialkoholin hydrolysoimiseksi yli noin 95 %:n hydrolyysiasteeseen; ja

f) lisätään sekaan vettä.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin molekyy-

lipaino on alle noin 15 000 molekyylipainoyksikköä ja hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 88 %.

14. Patenttivaatimuksen 12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kantajafaasikoostumuksen valmistuksessa on lisäksi vaihe, jossa lisätään noin 0,03 - 1 osaa booripitoista yhdistettä 100 kantajafaasikoostumuksen osaa kohti.

15. Menetelmä aaltopahvin valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että yhdistetään aallotettu kerros vähintään yhden lainerin kanssa käyttäen aaltopahviliimakoostumusta, joka vesiemulsiona käsittää vettä; noin 0,04 - 3 osaa 100 liimaosaa kohti kylmään veteen liukoista polyvinyylialkoholia, joka hydrolysoituu in situ yli noin 95 % hydrolyysiasteeseen; noin 2 - 10 osaa 100 osaa liimakoostumusta kohti tärkkelystä, modifioitua tärkkelystä tai dekstriiniä; riittävästi lipeää pH:n tekemiseksi alkaliseksi; noin 10 - 30 osaa tärkkelystä 100 osaa liimakoostumusta kohti; ja noin 0,3 - 1 osaa booripitoista yhdistettä 100 osaa liimakoostumusta kohti.

16. Patenttivaatimuksen 15 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 92 % ennen in situ -hydrolyysiä.

17. Patenttivaatimuksen 15 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polyvinyylialkoholin molekyylipaino on alle noin 15 000 molekyylipainoyksikköä ja hydrolyysiaste on vähemmän kuin noin 88 % ennen in situ -hydrolyysiä.

18. Tuote, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu patenttivaatimuksen 15 mukaisella menetelmällä.

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS **TUTKIMUSRAPORTTI**
Patentti- ja innovaatiolinja

PATENTTIHAKEMUS NRO	LUOKITUS
913740	

TUTKITTU AINEISTO
Patenttijulkaisukokoelma (FI, SE, NO, DK, DE, CH, EP, WO, GB, US), tutkitut luokat
Tiedonhaut ja muu aineisto

VIITEJULKAISUT

Kategoria*)	Julkaisun tunnistetiedot	Koskee vaatimuksia
	EP 162682 (C09J 3/16) FI 900908 (PL 25 2. mom 2. ja 4. virke)	

*) X Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu yksinään tarkasteltuna
Y Patentoitavuuden kannalta merkittävä julkaisu, kun otetaan huomioon tämä ja yksi tai useampi samaan kategoriaan kuuluva julkaisu
A Yleistä tekniikan tasoa edustava julkaisu, ei kuitenkaan patentoitavuuden este

Päiväys	Tutkija
	Ritta Jokinen