



(12) PATENT

(19) NO

(11) 337087

(13) B1

NORGE

(51) Int Cl.

D21H 17/29 (2006.01)
D21H 17/37 (2006.01)
D21H 17/45 (2006.01)
D21H 17/48 (2006.01)
D21H 17/68 (2006.01)
D21H 21/10 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20043111	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	2002.12.20 PCT/SE2002/02443
(22)	Inng.dag	2004.07.20	(85)	Videreføringsdag	2004.07.20
(24)	Løpedag	2002.12.20	(30)	Prioritet	2001.12.21, EP, 01850225
(41)	Alm.tilgj	2004.09.21			
(45)	Meddelt	2016.01.18			
(73)	Innehaver	Akzo Nobel NV, Postbus 9300, NL-6800SB ARNHEM, Nederland			
(72)	Oppfinner	Hans Johansson-Vestin, Madängsgatan 5, SE-44233 KUNGÄLV, Sverige Johan Nyander, Jordgränd 29, SE-19274 SOLLENTUNA, Sverige Jan Nordin, Gamlavägen 94, SE-86232 KVISSLEBY, Sverige Annika Viola Pal, Mossvägen 15, SE-43351 PARTILLE, Sverige Fredrik Solhage, Sörmlandsgatan 26B, SE-50439 BORÅS, Sverige			
(74)	Fullmektig	Oslo Patentkontor AS, Postboks 7007 Majorstua, 0306 OSLO, Norge			

(54)	Benevnelse	Vandig silikaholdig sammensetning og fremgangsmåte for produksjon av papir			
(56)	Anførte publikasjoner	US 4443496 A US 4559241 A US 5595629 A EP 0418015 A1 US 6033524 A			
(57)	Sammendrag				

Foreliggende oppfinnelse referer til en fremgangsmåte for fremstillingen av papir fra en suspensjon inneholdende cellulosefibre, og valgfritt fyllstoff, omfattende å tilsette til suspensjonen minst en kationisk organisk polymer og en vandig silikaholdig sammensetning omfattende et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silikabaserte partikler, sammensetningen har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silikabaserte partikler innen området av fra 0,2:1 til 99:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silikabaserte partikler i en mengde på minst 0,01 vekt%, basert på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, og med forbeholdet at sammensetningen inneholder hovedsakelig intet celluloseaktivt lim. Oppfinnelsen omfatter også en vandig silikaholdig sammensetning og en fremgangsmåte for fremstilling av en vandig silikaholdig sammensetning.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av papir fra en suspensjon inneholdende cellulosefibre og eventuelt fyllstoff, omfattende å tilsette til suspensjonen minst en kationisk polymer og en vandig silikaholdig sammensetning omfattende et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm og anioniske silika-baserte partikler som angitt i krav 1. Oppfinnelsen vedrører videre en vandig silikaholdig sammensetning for anvendelse som et flokkuleringsmiddel ved fremstilling av papirmasse og papir samt vannrensing, som angitt i krav 7. Oppfinnelsen vedrører også en fremgangsmåte for fremstilling av en vandig silikaholdig sammensetning som angitt i krav 11.

10 **Bakgrunn for oppfinnelsen**

I papirfremstillingsteknikken mates en vandig suspensjon inneholdende cellulosefibre, og valgfritt fyllstoff og additiver, referert til som masse, til en innløpskasse som sender ut massen på en formervire. Vann dreneres fra massen gjennom formerviren slik at en våt bane av papir dannes på viren. Papirbanen avvannes og tørkes deretter i tørkepartiet av papirmaskinen. Drenering- og retensjonshjelpemidler introduseres konvensjonelt i massen for å lette drenering og for å øke adsorpsjon av finpartikler på cellulosefibre for å holde de igjen med fibre på viren.

US 4 388 150 beskriver et bindemiddel i papirfremstilling som omfatter et kompleks av kationisk stivelse og kolloidal kiselsyre for å fremstille et papir med økt styrke og forbedrede nivåer av tilsatte mineraler og papirfremstilling-finstoff.

US patent nr. 4 750 974 beskriver et koacervat bindemiddel for anvendelse i papirfremstilling omfattende en tertiær kombinasjon av en kationisk stivelse, en anionisk høy-molekylvekt polymer og en dispergert silika.

25 US 5 368 833 beskriver silikasoler inneholdende aluminiummodifiserte silikapartikler med høyt spesifikt overflateareal og et høyt innhold av mikrogel.

US 6,083 997 beskriver anioniske nano-kompositter, som er fremstilt ved å tilsette en polyelektrolytt til silikatløsningen og deretter kombinere de med kiselsyre. Nano-komposittet utviser retensjon- og dreneringsytelse i papirfremstilling.

30 EP 0 418 015 A1 beskriver en aktiv limsammensetning inneholdende en vandig emulsjon i kombinasjon med et anionisk dispergeringsmiddel eller emulgeringsmid-

del. Ved å anvende anionisk polyakrylamid, anionisk stivelse eller kolloidalt silika, kan den anioniske ladningstettheten i limsammensetningen utvides.

5 US 4 443 496 refererer til en fremgangsmåte for å modifisere et overflatelag av "handened" sement eller substrater med anvendelsen av middelet som omfatter et spesifikt forhold av en alkalisilikatløsning og et natrium naftalensulfonat formaldehydkondensat.

US 4 559 241 vedrører en vandig løsning av alkalimetall silikat og nitritt. Løsningen kan også inneholde additiver slik som formaldehydkondensat med naftalensulfonat.

10 US 5 595 629 referer til en papirfremstillingsprosess omfattende å tilsette til slurryen en anionisk polymer og kationisk polymer for å øke retensjon og/eller avvaning. Den anioniske polymeren omfatter et formaldehydkondensat av naftalensulfonsyresalt med et molekylvekt-område på 500 til 120 000.

15 US 6 033 524 og EP 0418015 A1 beskriver fremgangsmåter for å øke retensjon og drenering av fyllstoffkomponenter i papirfremstillingsmasse i en papirfremstillingsprosess omfattende å tilsette til massen en slurry av fyllstoffkomponenter, også inneholdende en fenolforbedrer.

US 4 772 332 gjelder en varmemestabilisert slurry av "bulked" kaolinpigment som fremstilles ved å blande et vannløselig kationisk materiale med kaolinleirepigment i nærværet av vann.

20 US 5 733 414 vedrører en prosess for fremstilling av papir fra en cellulosesuspensjon omfattende å tilsette en vannløselig kationisk polymer og en vannløselig formaldehydkondensat harpiks.

25 US 5 110 414 beskriver en fremgangsmåte for fremstilling av lignocellulosematerialeprodukter og forbedre deres styrke og vannmotstandskarakteristikker, der høy molarmasse ligninderivater tilsettes til materialet.

30 Det vil være fordelaktig å være i stand til å tilveiebringe drenerings- og retensjonshjelpemidler med forbedret ytelse. Det vil også være fordelaktig å være i stand til å tilveiebringe retensjon- og dreneringshjelpemidler med god lagringsstabilitet. Det vil videre være fordelaktig å være i stand til å tilveiebringe en papirfremstillingsprosess med forbedret drenerings- og/eller retensjonsytelse.

Oppfinnelsen

Ifølge foreliggende oppfinnelse har det uventet blitt funnet at en forbedret drenerings- og/eller retensjonseffekt av en cellulosesuspensjon på en vire kan oppnås ved å anvende en vandig silikaholdig sammensetning ifølge krav 7 omfattende anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler. Den foreliggende oppfinnelsen gjør det mulig å øke hastigheten av papirmaskinen og å anvende en lavere dosering av additiver for å gi en tilsvarende drenerings- og/eller retensjonseffekt, som derved fører til en forbedret papirfremstillingsprosess og økonomiske fordeler.

Betegnelsen "drenerings- og retensjonsmiddel" som anvendt heri, referer til en eller flere komponenter som, når tilsatt til en vandig cellulosesuspensjon, gir bedre drenering og/eller retensjon enn det som oppnås uten å tilsette noen av de nevnte ene eller flere komponentene. Alle typer masser, spesielt masser med høye innhold av salter (høy ledningsevne) og kolloidale substanser vil oppnå bedre drenering- og retensjonsytelser ved tilsetningen av sammensetningen ifølge foreliggende oppfinnelse som angitt i krav 7. Forbedret drenering- og retensjonsytelse er viktig i papirfremstillingsprosesser, f.eks. prosesser med en høy grad av bakvannslukking, dvs. omfattende bakvannsresirkulering og begrenset ferskvanntilgang.

I henhold til foreliggende oppfinnelse er det tilveiebragt en fremgangsmåte for fremstilling av papir fra en suspensjon inneholdende cellulosefibre, og eventuelt fyllstoff, omfattende å tilsette til suspensjonen minst en kationisk polymer og en vandig silikaholdig sammensetning omfattende et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm og anioniske silika-baserte partikler, sammensetning har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området av fra 0,2:1 til 90:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%, basert på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, og med forbeholdet at sammensetningen inneholder hovedsakelig mindre eller likt 10 vekt% av celluloseaktivt lim som angitt i krav 1.

Det er videre tilveiebragt en vandig silikaholdig sammensetning for anvendelse som et flokkuleringsmiddel ved fremstilling av papirmasse og papir samt vannrensing omfattende et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm og anioniske silika-baserte partikler, omfattende ag-

gregerte eller mikrogeldannede silika-baserte partikler, hvor sammensetningen har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området av fra 0,2:1 til 90:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%, basert på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, og hvor sammensetningen inneholder mindre eller likt 10 vekt% av cellulosereaktivt lim, som angitt i krav 7.

Det er videre tilveiebragt en fremgangsmåte for fremstilling av en vandig silikaholdig sammensetning ved å blande, ved nærvær av mindre eller likt 10% cellulosereaktivt lim, et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en vandig silika-basert sol med en S-verdi i området fra omtrent 5 til omtrent 50 % inneholdende anioniske aggregerte eller mikrogeldannede silika-baserte partikler, for å tilveiebringe en vandig silikaholdig sammensetning som inneholder et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 innen området fra 0,2:1 til 90:1 og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler, i en mengde på minst 0,01 vekt% basert på den totale vekten av vandig silikaholdig sammensetning som angitt i krav 11.

I fremgangsmåten har den vandige anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensat-løsningen en ledningsevne på mindre enn 20 mS/cm som blandes med en vandig alkalistabilisert sol inneholdende silika-baserte partikler, for å tilveiebringe en vandig silikaholdig sammensetning inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%,

Spesielt kan den vandige silikaholdige sammensetningen fremstilles ved å avsalte et vandig anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat, å blande den avsaltede vandige anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensat-løsningen med en vandig alkalistabilisert sol inneholdende silika-baserte partikler, for å tilveiebringe en vandig silikaholdig sammensetning inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%,

Den vandige silikaholdige sammensetningen av oppfinnelsen, kan anvendes som flokkuleringsmiddel i produksjonen av masse og papir og for vannrensing.

Fremgangsmåten for produksjonen av papir med et slikt flokkuleringsmiddel omfatter å tilsette til suspensjonen minst en kationisk organisk polymer og en vandig silikaholdig sammensetning omfattende anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler som forklart ovenfor. Betegnelsen "anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat" som anvendt heri, representerer en gruppe av polymerer oppnådd ved kondensasjonspolymerisering av formaldehyd med en eller flere naftalen sulfonsyrer eller salter derav.

Naftalensulfonat formaldehydkondensatet kan reageres med en base, slik som alkalimetall- og jordalkalimetallhydroksider, f.eks. natriumhydroksid, ammoniakk eller et amin, f.eks. trietylamin, som derved danner et alkaliemettall, jordalkaliemettall eller ammonium-mettallion.

Det anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensatet har en molekylvekt på minst 500, egnet fra omtrent 1000. Den øvre grensen er ikke kritisk, den kan være opptil 1 000 000, vanligvis opptil 300 000, egnet opptil 150 000 og fortrinnsvis opptil 60 000.

Den vandige silikaholdige sammensetningen anvendt i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen omfatter også anioniske silika-baserte partikler, dvs. partikler basert på SiO_2 , fortrinnsvis dannet ved å polymerisere kiselsyre, omfattende både homopolymerer og kopolymerer. Valgfritt kan de silika-baserte partiklene modifiseres og inneholde andre elementer, f.eks. amin, aluminium og/eller bor, som kan være til stede i den vandige fasen og/eller i de silika-baserte partiklene.

Eksempler på egnede silika-baserte partikler inkluderer kolloidalt silika, kolloidalt aluminiummodifisert silika eller aluminiumsilikat, og forskjellige typer av polykisel-syre og blandinger derav, enten alene eller i kombinasjon med andre typer anioniske silika-baserte partikler. I teknikken er polykisel-syre også referert til som polymer-kiselsyre, polykisel-syre mikrogel, polysilikat og polysilikat mikrogel, som alle er innbefattet av betegnelsen polykisel-syre anvendt heri. Aluminiumholdige forbindelser av denne typen er vanligvis referert til som polyaluminosilikat og polyaluminosilikat mikrogel inkludert kolloidalt aluminium-modifisert silika og aluminiumsilikat.

Det er foretrukket at de anioniske silika-baserte partiklene er i det kolloidale området av partikkelstørrelse, dvs. kolloidale silika-baserte partikler. Denne kolloidale tilstanden omfatter partikler tilstrekkelige små til ikke å bli påvirket av gravitasjonskrefter, men tilstrekkelig store til ikke å vise markert avvik fra egenskapene

av typiske løsninger, dvs. gjennomsnittlig partikkelstørrelse betydelig mindre enn 1 μm . De anioniske silika-baserte partiklene har en gjennomsnittlig størrelse egnet under omtrent 50 nm, fortrinnsvis under omtrent 20 nm og mer foretrukket i området fra omtrent 1 til omtrent 50 nm, mest foretrukket fra omtrent 1 opptil omtrent 10 nm. Som konvensjonelt i silikakjemi, referer partikkelstørrelsen til den gjennomsnittlige størrelsen av primærpartiklene, som kan være aggregerte eller ikke-aggregerte. De silika-baserte partiklene til stede i den vandige silikaholdige sammensetningen av oppfinnelsen omfatter egnet aggregerte eller mikrodannede silika-baserte partikler, valgfritt og vanligvis i kombinasjon med ikke-aggregerte, eller monodisperse silika-baserte partikler.

Egnet har de silika-baserte partiklene en spesifikk overflate som er større enn 50 m^2/g , fortrinnsvis større enn 100 m^2/g . Det spesifikke arealet kan være opptil 1700 m^2/g , fortrinnsvis opptil 1300 m^2/g og vanligvis innen området fra 300 til 1300 m^2/g , fortrinnsvis fra 500 til 1050 m^2/g . Det spesifikke overflatearealet kan måles ved hjelp av titrering med NaOH ifølge fremgangsmåten beskrevet av Sears, Analytical Chemistry 28(1956), 12, 1981-1983 eller i US patent nr. 5 176 891. Det gitte arealet representerer det gjennomsnittlige spesifikke overflatearealet av partiklene.

Den silikaholdige sammensetningen anvendt i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan ha et vektforhold av anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat til anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området fra 0,2:1 til 99:1, egnet fra 0,1:1 til 90:1, fortrinnsvis fra 0,25:1 til 85:1. Den totale vekten av det anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensatet og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , inneholdt i den vandige silikaholdige sammensetningen er minst 0,01 vekt%, beregnet på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, egnet er konsentrasjonen anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området av 1 til 45 vekt%, fortrinnsvis innen området av 2 til 35 vekt%, mest foretrukket 5 til 30 vekt%.

Den vandige silikaholdige sammensetningen kan ha en anionisk ladningstetthet på mist 0,1 meq/g, vanligvis er ladningen innen området fra 0,1 til 6 meq/g, egnet innen området fra 0,1 til 5 meq/g, fortrinnsvis innen området fra 0,2 til 4 meq/g, og mest foretrukket i området fra 0,2 til 3,5 meq/g.

Den vandige silikaholdige sammensetningen ifølge oppfinnelsen inneholder hovedsakelig intet celluloseaktivt lim. Ved hovedsakelig ingen menes at mindre enn

eller lik 10 vekt%, egnet mindre enn 5 %, fortrinnsvis mindre enn 1 vekt% av cel-
lulosereaktivt lim er til stede i den vandige silikaholdige sammensetningen. Mest
foretrukket er det intet cellosereaktivt lim i den vandige silikaholdige sammen-
setningen.

5 Ifølge en foretrukket utførelse av foreliggende oppfinnelse, inneholder den silika-
holdige sammensetningen hovedsakelig ingen nitritter. Med hovedsakelig ingen
menes at mindre eller lik 10 vekt%, egnet mindre enn 5%, fortrinnsvis mindre enn
1 vekt% av nitritter er til stede i den vandige silikaholdige sammensetningen. Mest
foretrukket er det intet cellosereaktivt lim i den vandige silikaholdige sammenset-
10 ningen, dvs. sammensetningen er fri for nitritter. Betegnelsen "nitritter" omfatter
alle nitritter slik som nitritter av ammonium, litium, kalium, natrium, kalsium og
magnesium.

Foreliggende oppfinnelse vedrører ytterligere en fremgangsmåte for fremstilling av
en vandig silikaholdig sammensetning fra en anionisk naftalensulfonat formalde-
15 hydoppløsning og en silikabasert sol som angitt i krav 11. De to komponentene rø-
res fortrinnsvis sammen. Det anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensatet
kan tilsettes til en vandig sol inneholdende de silika-baserte partiklene eller de sili-
ka-baserte partiklene kan tilsettes til en vandig løsning av naftalensulfonat formal-
dehydkondensat. Før blanding av det anionisk naftalensulfonat formaldehydkon-
20 densatet med silika-baserte partikler, kan den vandige løsningen av anionisk naf-
talensulfonat formaldehydkondensat bli avsaltet eller avionisert. Avsالتingen eller
avioniseringen kan utføres med dialyse, membranfiltrering, ultrafiltrering, reversert
osmose eller ionebytte eller lignende. Det er foretrukket at avsالتingen eller avioni-
seringen utføres ved anvendelsen av ultrafiltrering eller dialyse.

25 Det anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensatet som skal blandes med de
silika-baserte partiklene har de tidligere nevnte egenskapene og har en lednings-
evne mindre enn 30 mS/cm, egnet mindre enn 25 mS/cm, fortrinnsvis mindre enn
20 mS/cm, og mest foretrukket mindre enn 15 mS/cm målt ved et anionisk naf-
talensulfonat formaldehydkondensat innhold på 10 %. Ledningsevnen er vanligvis
30 minst 1 mS/cm, og fortrinnsvis innen området fra 5 til 15 mS/cm, målt på et anio-
nisk naftalensulfonat formaldehydkondensat innhold på 10 %.

De silika-baserte partiklene, fortrinnsvis anioniske, som skal blandes med anionisk
naftalensulfonat formaldehydkondensat har de tidligere nevnte egenskapene. Egnet
er de silika-baserte partiklene inneholdt i en sol, fortrinnsvis alikaliestabilisert, før

blanding med anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat. Solen kan ha en S-verdi i området fra 5 til 80 %, fortrinnsvis fra 8 til 45 %, og mest foretrukket fra 10 til 30 %. Beregning og måling av S-verdien kan utføres som beskrevet av Iler & Dalton i J. Phys. Chem. 60(1956), 955-957. S-verdien indikerer graden av aggregat eller mikrogeldannelse og en lavere S-verdi indikerer en høyere grad av aggregering. Egned omfatter de silika-baserte partiklene aggregerte eller mikrogeldannede silika-baserte partikler, valgfritt og vanligvis i kombinasjon med ikke-aggregerte, eller monodispergerte, silika-baserte partikler.

Egned har de silika-baserte partiklene et molart forhold $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ på mindre enn 60, vanligvis innen området 5 til 60, og fortrinnsvis innen området fra 8 til 55.

Det anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensatet blandes vanligvis med silika-baserte partikler i et vektforhold innen området fra 0,2:1 til 85:1.

Produktene fremstilt ved enhver av disse fremgangsmåtene viser en forbedret lagringsstabilitet og derfor bedre drenerings- og retensjonshjelp ytelse når lagret.

Blandingsprosedyren av ovennevnte fremgangsmåte utføres vanligvis i nærvær av hovedsakelig intet cellulosereaktivt lim. Ved hovedsakelig intet betyr mindre eller lik 10 vekt%, egned mindre enn 5%, fortrinnsvis mindre enn 1 vekt% av cellulosereaktivt lim til stede. Mest foretrukket er det intet cellulosereaktivt lim til stede.

Foreliggende oppfinnelse vedrører ytterligere en fremgangsmåte for fremstilling av papir fra en vandig suspensjon inneholdende cellulosefibre og eventuelt fyllstoff. Fremgangsmåten omfatter å tilsette til suspensjonen en kationisk polymer og den vandige silikaholdige sammensetningen av oppfinnelsen slik som angitt i krav 1. Den kationiske organiske polymeren ifølge oppfinnelsen kan være lineær, forgrenet eller fornett. Fortrinnsvis er den kationiske polymeren vannløselig eller vanddispergerbar.

Eksempler på egnede kationiske polymerer inkluderer syntetiske organiske polymerer, f.eks. trinn-vekst polymerer og kjede-vekst polymerer, og polymerer avledet fra naturlige kilder, f.eks. polysakkarider.

Eksempler på egnede kationiske syntetiske organiske polymerer inkluderer vinyladisjonspolymerer slik som akrylat- og akrylamid-baserte polymerer, samt kationiske poly(diallyl dimetyl ammoniumklorid), kationiske polyetyleniner, kationiske

polyaminer, polyamidoaminer og vinylamidbaserte polymerer, melaminformaldehyd og ureaformaldehyd harpikser.

Eksempler på egnede polysakkarider inkluderer stivelses, guargummier, cellulose-derivater, kitiner, kitosaner, glykaner, galaktaner, glukaner, xantangummier, pektiner, mannaner, dekstriner, fortrinnsvis stivelses, og guargummier. Eksempler på egnede stivelses inkluderer potet, mais, hvete, tapioka, ris, waxy-mais og bygg, etc.

Kationiske stivelses og kationiske akrylamidbaserte stivelses er foretrukne polymerer ifølge oppfinnelsen, og de kan anvendes enkeltvis, sammen med hverandre eller sammen med andre polymerer, spesielt foretrukket er kationiske stivelses og kationiske akrylamidbaserte polymerer med minst én aromatisk gruppe.

De kationiske organiske polymerene kan ha en eller flere hydrofile grupper festet til seg. De hydrofile gruppene kan være aromatiske grupper, grupper omfattende aromatiske grupper eller ikke-aromatiske grupper, fortrinnsvis omfatter de hydrofile gruppene aromatiske grupper. Den hydrofile gruppen kan være festet til et heteroatom, f.eks. nitrogen eller oksygen, nitrogenet er valgfritt ladet, som heteroatom, det kan i sin tur festes til polymerryggraden, f.eks. via et kjede med atomer. Den hydrofile gruppen kan ha minst 2 og vanligvis minst 3 karbonatomer, egnet fra 3 til 12 og fortrinnsvis fra 4 til 8 karbonatomer. Den hydrofile gruppen er egnet en hydrokarbonkjede.

Egnede doseringer regnet som tørr substans basert på tørr masse og valgfritt fyllstoff, av den kationiske polymer i systemet er fra 0,01 til 50 kg/t (kg/tonn, "metrisk tonn") av fortrinnsvis fra 0,1 til 30 kg/t og mest foretrukket fra 1 til 15 kg/t.

Egnede doseringer regnet som tørr substans basert på tørr masse og valgfritt fyllstoff, av den vandige silikaholdige sammensetningen definert over i systemet er fra 0,01 til 15 kg/t, fortrinnsvis fra 0,01 til 10 kg/t beregnet som et anionisk naftalen-sulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, og mest foretrukket fra 0,05 til 5 kg/t.

Egnede minerale fyllstoff av konvensjonell type kan tilsettes til den vandige cellulosesuspensjonen ifølge oppfinnelsen. Eksempler på egnede fyllstoff inkluderer kaolin, kina clay, titandioksid, gips, talkum og naturlige og syntetiske kaliumkarbonater slik som kalk, malt marmor og utfelt kalsiumkarbonat (PCC).

Ytterligere additiver som er konvensjonelle i papirfremstilling, kan selvfølgelig anvendes i kombinasjon med kjemikaliene ifølge oppfinnelsen, f.eks. anioniske «trash»-fangere (ATC), våtstyrkemidler, tørrstyrkemidler, optiske lyshetsmidler, fargestoff, aluminiumforbindelser, etc. Eksempler på egnede aluminiumforbindelser inkluderer alun, aluminater, aluminiumklorid, aluminiumnitrat, og polyaluminiumforbindelser, slik som polyaluminiumklorider, polyaluminiumsulfater, polyaluminiumforbindelser inneholdende klorid- og/eller sulfationier, polyaluminiumsilikat-sulfater, og blandinger derav. Polyaluminiumforbindelsene kan også inneholde andre anioner enn kloridioner, f.eks. anioner fra svovelsyre, fosforsyre, eller organiske syrer slik som sitronsyre og oksalsyre. Når det benyttes en aluminiumforbindelse i foreliggende prosess, er det vanligvis foretrukket å tilsette den til massen før polymerkomponenten og mikro- eller nanopartikkelmaterialet. Egnede tilsetningsnivåer av aluminiumholdige forbindelser er minst 0,001 kg/t, fortrinnsvis fra 0,01 til 5 kg/t og mer foretrukket fra 0,05 til 1 kg/t, beregnet som Al_2O_3 basert på tørr masse og valgfritt fyllstoff.

Eksempler på egnede anioniske «trash»-fangere inkluderer kationiske polyaminer, polymerer eller kopolymerer av kvarternære aminer, eller aluminiumholdige forbindelser.

Fremgangsmåten av denne oppfinnelsen anvendes for produksjonen av papir. Betegnelsen "papir" som anvendt heri, inkluderer ikke bare papir og produksjonen derav, men også andre banelignende produkter, slik som f.eks. plate og papp, og produksjonen derav. Oppfinnelsen er spesielt nyttig i tilvirkningen av papir med grammvekt under 150 g/m^2 , fortrinnsvis under 100 g/m^2 , f.eks. finpapir, avispapir, lettvekt bestrøket papir, superkalendret papir og mykpapir ("tissue").

Fremgangsmåten kan anvendes i produksjonen av papir fra alle typer masser, både treholdig og trefri. De forskjellige typer suspensjoner av celluloseholdige fibre og suspensjonene bør egnet inneholde minst 25 vekt% og fortrinnsvis minst 50 vekt% av slike fibre, basert på tørr substans. Suspensjonene omfatter fibre fra kjemisk masse slik som sulfat, sulfitt og organosolv-masser, treholdige eller mekaniske masser slik som termomekanisk masse, kjemo-termomekanisk masse, raffinert masse og slipemasse, fra både hardved og myktre, og kan også være basert på resirkulerte fibre, valgfritt fra avsvartede masser, og blandinger derav. Fortrinnsvis er massen en treholdig masse, som har høye innhold av salter og derfor høy konduktivitet.

De aktuelle kjemikaliene kan tilsettes til den vandige cellulosesuspensjonen, eller massen, på konvensjonell måte og i enhver rekkefølge. Det er vanligvis foretrukket å tilsette den kationiske polymeren til massen før tilsetning av den vandige silika-
5 holdige sammensetningen, selv om den motsatte rekkefølgen av tilsetning kan anvendes. Det er videre foretrukket å tilsette den kationiske polymeren før et skjærtrinn, som kan velges fra pumping, blanding, rensing, etc., og å tilsette den vandige silikaholdige sammensetningen etter dette skjærtrinnet.

Den vandige silikaholdige sammensetningen kan anvendes som flokkuleringsmiddel i behandlingen av vann for produksjonen av drikkevann eller som en miljøbehandling av vann f.eks. i innsjøer. Sammensetningen kan også anvendes som flokkuleringsmiddel i behandlingen av avløpsvann eller avløpsslam.
10

Oppfinnelsen er ytterligere illustrert i de følgende eksemplene. Deler og % vedrører henholdsvis deler i vekt og vekt%, og alle løsninger er vandige, med mindre annet er fremsatt. Enhetene er metriske.

15 Eksempel 1

Testprøvene av den vandige silikaholdige sammensetningen ifølge oppfinnelsen ble fremstilt ved å blande en vandig løsning av naftalensulfonat formaldehydkondensat (NSF) med en silikasol inneholdende silika-baserte partikler i forskjellige doseringer under moderat omrøring. Referanseprøvene ble også fremstilt under de samme
20 betingelser som testprøvene. En prøve av NSF ble ultrafiltrert og det oppnådde produktet (NSF I) hadde en konsentrasjon på 12 vekt% og prøvene ble fortynnet til en konsentrasjon på 5 vekt% og hadde en ledningsevne på 12 mS/cm. En annen prøve på NSF ble dialysert og det oppnådde produktet (NSF II) hadde en konsentrasjon på 12 vekt% og prøvene ble fortynnet til en konsentrasjon på 5 vekt% og
25 hadde en ledningsevne på 12 mS/cm. Ubehandlete prøver på NSF (NSF III) ble fortynnet til en konsentrasjon på 5 vekt% og hadde en ledningsevne på 25 mS/cm. Alle ledningsevner i eksemplene ble målt ved en konsentrasjon på 10 vekt% av NSF. Silikaene anvendt i de følgende eksemplene er alle definert under i tabell 1.

Tabell 1

Silika I	Silikasol av typen beskrevet i US 5 447 604 med et molarforhold $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ på 10, spesifikt overflateareal på $870 \text{ m}^2/\text{g}$, S-verdi på 35 % og silikainnhold på 10,0 vekt%.
Silika II	Silikasol av typen beskrevet i US 5 603 805 med et molarforhold $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ på 45, spesifikt overflateareal på $850 \text{ m}^2/\text{g}$, aluminium modifisert med natriumaluminat til en grad av 0,25 % Al_2O_3 , og en S-verdi på 20 % og silikainnhold på 8,0 vekt%.
Silika III	Silikasol av typen beskrevet i US 6 083 997 med et molarforhold $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ på 17 oppnådd ved å blande vannglass med et molart forhold $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ på 3,4, et silikainnhold på 15 vekt% med polykiselsyre (PSA), med et silikainnhold på 6,0 vekt%.

Eksempel 2

I de følgende eksempler ble testprøver av naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler i forskjellige doseringer tilsatt til en testmasse for å eva-
 5 luere ytelsen av sammensetningen som dreneringsmiddel. Dreneringsytelse ble evaluert ved hjelp av en Dynamic Drainage Analyser (DDA), tilgjengelig fra Akribi, Sverige. DDA måler dreneringstiden for et fastsatt volum av masse gjennom en vire ved fjerning av en plugg og påføring av vakuum til den siden av viren som er mot-
 satt siden på hvilken massen er til stede.

10 I eksemplene ble en kationisk polymer tilsatt til massen før de vandige silikaholdige sammensetningene ifølge oppfinnelsen eller den anioniske referansen.

Testprøvene ble fremstilt fra blandinger av NSF II og Silika I i forskjellige forhold, som ble testet på en testmasse, som var treholdig masse med en pH 7,6, en kon-
 15 duktivitet på $5,0 \text{ mS/cm}$, og en konsistens var $1,43 \text{ g/l}$. Massen ble omrørt i en beholder med ledeplater ved en hastighet på 1500 rpm gjennom testen.

I testene ble 20 kg/t (20 kg/tonn) kationisk stivelse (C1), som er en kationisk potetstivelse med et nitrogeninnhold på 0,5 %, oppnådd ved kvartærnisering av naturlig potetstivelse med 3-klor-2-hydroksypropyl dimetylbenzyl ammoniumklorid tilsatt massen, etter 30 sekunder omrøring ble den anioniske blandingen tilsatt et-
 20 terfulgt av 15 sekunder omrøring før drenering.

Som referanse ble silika I anvendt. Alle prøvene ble fortynnet til 0,5 % faststoff før testene. Forhold er oppsummert i tabell 2.

Tabell 2

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av		
		1 kg/t	2 kg/t	3 kg/t
silika I		26,0	23,9	20,0
NSF II + silika I	0,25:1	25,5	19,1	15,3
NSF II + silika I	0,67:1	21,6	15,5	12,5
NSF II + silika I	1:1	20,4	14,9	12,7
NSF II + silika I	1,5:1	19,3	13,8	12,3
NSF II + silika I	4:1	17,0	12,3	13,3

5 Eksempel 3

Testprøvene ble fremstilt fra NSF II og silika II. Som referanse ble silika II benyttet. Alle prøvene ble fortynnet til 0,5 % faststoff før dreneringsevaluering, som ble utført som i eksempel 2, med samme masse med 20 kg/t C1. Forhold og resultater er oppsummert i tabell 3.

Tabell 3

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av		
		1 kg/t	2 kg/t	3 kg/t
silika II		25,5	22,0	18,7
NSF II + silika II	0,25:1		17,1	
NSF II + silika II	0,67:1		14,6	
NSF II + silika II	1:1	20,4	13,0	11,1
NSF II + silika II	1,5:1	18,6	13,2	12,1
NSF II + silika II	4:1	16,1	12,7	12,1

Eksempel 4

5 Testprøvene ble fremstilt fra NSF I og silika I. Silika I ble benyttet som referanse. Prøvene ble fortynnet til 0,5 % faststoff før dreneringstestene ble utført som i eksempel 1. Til testmassen ble det tilsatt 20 kg/t C1. Massen var en treholdig massen med en konduktivitet på 5,0 mS/cm, en konsistens på 1,52 g/l og pH = 7,8. Forholdet av avvanningstider er oppsummert i tabell 4.

Tabell 4

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av			
		1 kg/t	2 kg/t	3 kg/t	4 kg/t
silika I		34,0	29,2	25,8	24,0
NSF I + silika I	0,25:1	30,1	22,4	17,6	14,0
NSF I + silika I	0,67:1	26,9	17,7	13,3	12,2
NSF I + silika I	1:1	25,0	16,1	12,0	12,1
NSF I + silika I	1,5:1	22,1	14,6	12,5	13,0
NSF I + silika I	4:1	18,9	13,5	12,7	14,0

Eksempel 5

10 Testprøvene ble fremstilt fra NSF I og silika I. Silika I ble benyttet som referanse. Fremstillingsprosedyre var den samme som i forrige eksempel. Konduktiviteten av den treholdige massen var kun 0,5 mS/cm. Mengden av C1 var 30 kg/t i alle tester. Dreneringstiden for kationisk stivelse tilsatt alene var 22 sekunder. Forholdene av avvanningstider er oppsummert i tabell 5.

Tabell 5

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av			
		1 kg/t	2 kg/t	3 kg/t	4 kg/t
silika I		19,1	16,0	13,2	9,7
NSF I + silika I	0,25:1	14,3	11,6	9,4	8,5
NSF I + silika I	0,67:1	14,3	10,0	9,2	8,2
NSF I + silika I	1:1	13,7	9,9	8,5	8,5
NSF I + silika I	1,5:1	12,2	9,9	8,7	8,6
NSF I + silika I	4:1	12,0	10,4	9,7	9,7

Eksempel 6

Testprøvene ble fremstilt fra NSF I og silika I. Som referanse ble Silika benyttet.

5 Massen var treholdig inneholdende en ledningsevne på 5,0 mS/cm, en konsistens på 1,52 g/l og pH = 7,8. Til massen ble 3 kg/t av en kationisk polyakrylamid (C-PAM), som ble fremstilt ved polymerisering av akrylamid (90 mol%) og akryloksyetyl-dimetyl-benzyl ammoniumklorid (10 mol%), og med en molekylvekt på omtrent 6 000 000 tilsatt til begynnelsen av testen. Etter 30 sekunder omrøring ble

10 sammensetninger av NSF I og silika I tilsatt etterfulgt av 15 sekunder omrøring før drenering. NSF I- og silika I-sammensetninger ble fortynnet til 0,5% faststoff og C-PAM til 0,1% faststoff før tilsetning til massen. Forholdene og avvanningstidene er oppsummer i tabell 6.

Tabell 6

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av	
		0,5 kg/t	1,0 kg/t
silika I		14,4	10,3
NSF I + silika I	0,25:1	11,2	8,9
NSF I + silika I	0,67:1	10,3	9,1
NSF I + silika I	1:1	10,0	9,5
NSF I + silika I	1,5:1	10,4	9,7

Eksempel 7

Testprøvene av sammensetningene av NSF III og silika I, og NSF III og silika III ble fremstilt. En dreneringsevaluering av prøvene ble utført som i tidligere eksempler i en høy ledningsevne masse med ledningsevne 5,0 mS/cm. C1 ble tilsatt i en mengde på 20 kg/t til massen. Forholdene og avvanningstider er oppsummert i tabell 7.

Tabell 7

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av	
		1 kg/t	3 kg/t
NSF III + silika III	0,077:1	34,2	21,2
NSF III + silika III	0,15:1	31,0	18,0
NSF III + silika I	0,2:1	29,9	17,7
NSF III + silika III	0,2:1	29,2	16,4
NSF III + silika I	0,3:1	27,9	16,2
NSF III + silika III	0,3:1	28,0	14,6

Resultatene viser at den vandige silikaholdige sammensetningen ifølge oppfinnelsen har forbedrede dreneringsegneskaper.

10 Eksempel 8

Testprøvene av sammensetningene av NSF I og silika I, og NSF III og silika III ble fremstilt. Som referanse ble silika I og silika III anvendt. En dreneringsevaluering av prøvene ble utført som i tidligere eksempler i en høy ledningsevne masse med ledningsevne 5,0 mS/cm. C1 tilsatt i en mengde på 20 kg/t til massen. Avvanningstidene er oppsummert i tabell 8.

Tabell 8

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av	
		2 kg/t	3 kg/t
Silika I		27,2	24,3
Silika III		26,8	20,9
NSF III + silika III	0,077:1	27,3	21,2
NSF III + silika III	0,15:1	23,1	18,0
NSF I + silika I	0,2:1	21,4	15,8
NSF I + silika III	0,3:1	20,7	15,1
NSF III + silika III	0,2:1	20,7	16,4
NSF III + silika III	0,3:1	20,2	14,6

Resultatene viser at de vandige silikaholdige sammensetningene ifølge oppfinnelsen har forbedrede dreneringsegneskaper.

5 Eksempel 9

En høymolekylvekt anionisk polyakrylamid (A-PAM), MW fra omtrent 10 til 20 millioner, inneholdende omtrent 30 mol% anioniske grupper, i formen av en vann-i-olje emulsjon invertert og fortynnet med vann til en konsentrasjon på 0,1%. Den aktuelle A-PAM ble blandet med 0,1 % silika I i tre forskjellige forhold av A-PAM til silika I på 2:1, 1:1 og 0,5:1.

Sammensetningene av NSF III og silika III (a) ble fremstilt ved å tilsette et fortynnet vannglass (15 % SiO₂ og forhold SiO₂/Na₂O = 3,4) til NSF III (som 30% vann-løsning) under risting. Til denne blandingen ble polykiseltsyre, med en konsentrasjon på 6,0 % SiO₂ en pH på 2,5 tilsatt under risting i 20 minutter. Polykiseltsyren ble fremstilt fra fortynnet vannglass som ble kjørt gjennom en kolonne fylt med hydrogenmettet, sterkt kationisk, bytter-resin.

NSF III/silika III (b) blanding ble fremstilt ved å blande NSF III med polykiselsyre under risting i 5 minutter og deretter ble denne blandingen tilsatt til vannglass under risting i 20 minutter.

5 En dreneringsevaluering av prøvene av dette eksempelet ble utført på en høy ledningsevne masse (5,0 mS/cm). En kationisk stivelse (c2), som var en kationisk potetstivelse med et nitrogeninnhold på 0,7 %, oppnådd ved kvartærnisering av naturlig potetstivelse med 3-klor-2-hydroksypropyl dimetylbenzyl ammoniumklorid, ble tilsatt før de anioniske blandingene til massen. C2 ble tilsatt i en mengde på 12 kg/t. De følgende avvanningstidene ble oppnådd:

10

Tabell 9

Prøve	Forhold	Avvanningstid (s) ved dosering av
		2,0 kg/t
A-PAM		33,0
Silika I		16,9
A-PAM / silika I	0,5:1	28,7
A-PAM / silika I	1:1	25,5
A-PAM / silika I	2:1	29,4
NSF III / silika III a	0,38:1	22,0
NSF III / silika III a	1,9:1	21,0
NSF III / silika III a	9:1	17,7
NSF III / silika III b	0,5:1	23,0
NSF III / silika III b	9:1	16,8

Eksempel 10

15 Lagringsstabiliteten av forskjellige blandinger av NSF og silika ble bestemt. Prøver av NSF ble avsaltet ved anvendelse av ultrafiltrering (NSF I) til en ledningsevne på 12 mS/cm målt ved 10 vekt% av faststoff før blanding med silika for å danne vanlige sammensetninger. Ureagert NSF III ble blandet med silika for sammenligning.

Alle oppnådde sammensetninger og referanseprøver ble lagret ifølge den følgende prosedyren:

- 5 I et kjøleskap i 9 uker; deretter
 i ovn ved en temperatur på 40°C i 3 uker;
 i ovn ved en temperatur på 60°C i 1 uke; og
 i ovn ved en temperatur på 80°C i 6 uker.

Den totale lagringstiden var 20 uker. Lagringstidene for testprøvene er oppsummert i tabell 10.

Tabell 10

Prøve	Forhold	Aktiv substans (SiO ₂ + NSF)	Tid for geldannelse
NSF III + silika III	0,15:1	7,2 %	gel etter 14 uker
NSF I + silika III	0,15:1	7,2 %	ingen gel etter 20 uker
NSF I + silika III	0,2:1	7,3 %	ingen gel etter 20 uker

10

Prøvene uten geldannelse viser bedre stabilitet enn prøvene med geldannelse, og de viste ikke engang en økning i viskositet.

Eksempel 11

- 15 Testprøver av NSF III/silika I og blandinger av NSF III/silika III ble fremstilt. Som referanse ble silika III anvendt. En DDA evaluering av prøvene ble utført i en høy ledningsevne masse med ledningsevne 5,0 mS/cm. C1 ble tilsatt i en mengde på 20 kg/g til massen. Avvanningstider er oppsummert i tabell 11.

Tabell 11

Prøve	Avvanningstider (sekunder) 1 kg/t
Silikasol III	32,1
Silikasol III med 7,7 % NSF III	34,2
Silikasol I med 7,7 % NSF III	29,4
Silikasol III med 15 % NSF III	31,0
Silikasol I med 15 % NSF III	30,7

Resultatene viser at blandingene inneholdende silika I har mottatt forbedrede avvanningstider sammenlignet med silika III. Silika I er en alkalisk stabilisert silikasol.

Patentkrav

1. Fremgangsmåte for fremstilling av papir fra en suspensjon inneholdende cellulosefibre og eventuelt fyllstoff,
karakterisert ved at den omfatter å tilsette til suspensjonen minst én
5 kationisk polymer og en vandig silikaholdig sammensetning omfattende et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm og anioniske silika-baserte partikler, sammensetningen har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler omfattende aggregerte eller mikrogel-formede silika-baserte partikler, hvor sammensetningen
10 har et vektforhold mellom naftalensulfonat formaldehyd-kondensat og silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området av fra 0,2:1 til 90:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%, basert på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, og hvor sammensetningen
15 inneholder mindre eller likt 10 vekt% av cellulose-reaktivt lim.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
karakterisert ved at det anioniske naftalen-sulfonat formaldehyd-kondensat har en konduktivitet på mindre enn 15 mS/cm.
3. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 1 og 2,
20 karakterisert ved at den vandige silikaholdige sammensetningen har et vektforhold mellom naftalensulfonat formaldehyd-kondensat og silika-baserte partikler, utregnet som SiO_2 , innen området fra 0,2:1 til 85:1.
4. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 1 – 3,
karakterisert ved at de anioniske silika-baserte partikler har et spesifikt
25 overflateareale innen området fra 300 til 1300 m^2/g .
5. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 1 – 4,
karakterisert ved at den kationiske organiske polymer er kationisk stivelse eller kationisk polyakrylamid.
6. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 1 – 5,
30 karakterisert ved at den kationiske organiske polymer har minst én aromatisk gruppe.

7. Vandig silikaholdig sammensetning for anvendelse som et flokkuleringsmiddel ved fremstilling av papirmasse og papir samt vannrensing, k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter et anionisk naftalensulfonat formaldehydkondensat med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm og anioniske silika-baserte partikler, omfattende aggregerte eller mikrogeldannede silika-baserte partikler, hvor sammensetningen har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , innen området fra 0,2:1 til 90:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og anioniske silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%, basert på den totale vekten av den vandige silikaholdige sammensetningen, og hvor sammensetningen inneholder mindre enn eller likt 10 vekt% av cellulose-reaktivt lim.
8. Sammensetning ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensat har en konduktivitet på mindre enn 15 mS/cm.
9. Sammensetning ifølge ethvert av kravene 7 og 8, k a r a k t e r i s e r t v e d at den vandige silika-holdige sammensetning har et vektforhold mellom naftalensulfonat formaldehyd-kondensat og silika-baserte partikler, utregnet som SiO_2 , innen området 0,2:1 til 85:1.
10. Sammensetning ifølge ethvert av kravene 7 – 9, k a r a k t e r i s e r t v e d at de anioniske silika-baserte partikler har et spesifikt overflateareale innen området fra 300 til 1300 m^2/g .
11. Fremgangsmåte for fremstilling av en vandig silikaholdig sammensetning, k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter å blande ved nærvær av mindre enn eller likt 10 vekt% cellulose-reaktivt lim, en anionisk naftalensulfonat formaldehyd-kondensat-oppløsning med en konduktivitet på mindre enn 20 mS/cm, med en vandig silikabasert sol med en S-verdi i området fra omkring 5 opp til omkring 50 % inneholdende anioniske aggregerte eller mikrogeldannede silikabaserte partikler, for å tilveiebringe en vandig silikaholdig sammensetning med et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler, regnet som SiO_2 , innen området av fra 0,2:1 til 90:1, og inneholdende naftalensulfonat formaldehydkondensat og silika-baserte partikler, beregnet som SiO_2 , i en mengde på minst 0,01 vekt%.

12. Fremgangsmåte ifølge krav 11,
karakterisert ved at den vandige anioniske naftalensulfonat formaldehyd-kondensat-oppløsning har en konduktivitet på mindre enn 15 mS/cm.
13. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 11 og 12,
5 karakterisert ved at den omfatter å avsalte den vandige anioniske naftalensulfonat formaldehydkondensatoppløsning.
14. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 11 - 13,
karakterisert ved at den vandige silikabaserte sammensetningen har et vektforhold av naftalensulfonat formaldehydkondensat til silika-baserte partikler,
10 beregnet som SiO₂, innen området fra 0,2:1 til 85:1.
15. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 11 - 14,
karakterisert ved at de anioniske silikabaserte partiklene har et spesifikt overflateareale innen området fra 300 til 1300 m²/g.
16. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 11 - 15,
15 karakterisert ved at solen har en S-verdi innen området fra 5 til 50 % før blanding med det anioniske naftalensulfonat formaldehyd-kondensat.
17. Fremgangsmåte ifølge ethvert av kravene 11 - 16,
karakterisert ved at solen har en S-verdi innen området fra 8 til 45 % før blanding med det anioniske naftalensulfonat formaldehyd-kondensat.