



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 137125

(51) Int. Cl.² . C 09 J 3/28

(21) Patentsøknad nr. 2746/73

(22) Inngitt 04.07.73

(23) Løpedag 04.07.73

(41) Alment tilgjengelig fra 11.01.74

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 26.09.77

(30) Prioritet begjært 10.07.72, Finland, nr. 1965/72

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte til fremstilling av lim for fiberprodukter, særlig lignocellulose- eller tre-materialer som finér og sponplater.

(71)(73) Søker/Patenthaver TERJE ULF EUGEN ENKVIST,
Runebergsgatan 30A,
SF-00100 Helsingfors 10,
Finland.

(72) Oppfinner Søkeren.

(74) Fullmektig Siv.ing. Per Onsager,
Onsagers Patentkontor, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner US patent nr. 3395033

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte til fremstilling av lim for fiberprodukter, særlig lignocellulose- og trematerialer som finér og sponplater, innbefattende å bringe formaldehyd eller formaldehyd-avgivende forbindelser til reaksjon med sulfatligninholdige produkter.

Til fabrikasjon av lim for finér, sponplater m.v. anvendes for nærværende først og fremst urea og fenol samt formaldehyd som utgangsmateriale. Disse lim representerer en omkostning som ikke er ubetydelig i forhold til verdien av fibermaterialet, særlig når det gjelder fremstilling av billige produkter som barkplater, halmplater etc., samtidig som urealimets vannfasthet er begrenset og dets sure reaksjon i lengden kan fryktes å være skadelig for cellulosematerialets mekaniske fasthet.

Fra US-PS 3 395 033 er der kjent en fremgangsmåte til fremstilling av lim hvor der blandt annet benyttes ligninbestanddeler som betegnes som nøytralisert ligninsvartlut eller avsukret lignin. Den ligninsvartlut som omtales, er imidlertid sur sulfitt-avlut, idet avluten ved et passende produksjonstrinn nøytraliseres med et alkalisk reagens, nemlig amoniakk. Også når der benyttes avsukret lignin som utgangsmateriale, nøytraliseres dette ifølge det amerikanske patentskrift med ammoniumhydroksyd eller annet alkali, dvs. at der også her er tale om sulfitt-avlut.

I et eksempel i det nevnte amerikanske patentskrift er der anført et produkt fra sulfatsvartlut, nærmere bestemt det isolerte sulfatlignin Indulin som utfelles fra sulfatsvartlut ved ansyring og isoleres ved filtrering, dekantering eller sentrifugering. Dette produkt er imidlertid uoppløselig i vann, noe som medfører at man er nødt til å anvende en stor mengde av et oppløsningsmiddel for lignin, nemlig dimetylformamid.

Følgelig har det tidligere vært foreslått å benytte isolert sulfatlignin i lim og bakelittplast i kombinasjon med plast, særlig fenolplast. Bruken av isolert sulfatlignin til lim krever imidlertid en kostbar og besværlig isolasjonsprosess som selvsagt vil virke inn både tidsmessig og økonomisk på det ferdige limprodukt. Videre lider en slik kjent fremgangsmåte til fremstilling av lim av den mangel at der må anvendes meget fenol, i regelen fenol og lignin i forholdet 1:1.

Hensikten med den foreliggende oppfinnelse er å råde bot på de ovennevnte ulemper, idet der ifølge oppfinnelsen gis anvisning på en fremgangsmåte til fremstilling av lim som gir et rimelig limprodukt som åpner nye muligheter for liming av billige treprodukter.

Hensikten er ifølge den foreliggende oppfinnelse oppnådd ved at svartlut fra sulfatcellulosekok ved oppvarming bringes til å reagere med formaldehyd, at det fremkomne reaksjonsprodukt under oppvarming, eventuelt under oppvarming i en og samme operasjon som den nevnte reaksjon, blandes med fenolformaldehydharpiks i så stor mengde at forholdet mellom svartlutens organiske substans og harpiksfenol blir 5:1 -2:1, hvorefter blandingens pH innstilles på en verdi av 7-10,5, og eventuelt at der etter avkjøling tilsettes blandingen 2-15% formaldehyd, regnet på limets organiske substans.

Ved systematisk studium av hvilke faktorer det er som virker på limets kvalitet, har man således kommet til det overraskende resultat at det ved anvendelse av de riktige betingelser meget vel lar seg gjøre for slik limfabrikasjon å anvende sulfatsvartlut direkte uten kostbar og besværlig isolering av sulfatligninet. Dessuten kan sulfatsvartlut anvendes i kombinasjon med bare en mindre mengde fenol, f.eks. i forholdet 1 vekt-del fenol til 4 vektdeler organisk substans i svartluten.

En faktor som har sterk virkning på fremstillingsprosessen, består i å innstille svartlutens pH-verdi etter limkoket på bare svakt alkalisk reaksjon, f.eks. pH 10-8, målt potensiometrisk i lim utspedd med vann i forholdet 1:10. pH-verdien for konsentrert svartlutlim ligger noe høyere. En annen faktor av betydning består i å anvende en ekstra tilsetning av formalin eller paraformaldehyd som en slags herder etter limkoket, men før limingen.

Arten av det anvendte fenollim spiller også en betydelig rolle. Rikelig anvendelse av formalin ved fremstillingen av limet er her gunstig. Isteden behøver man ved limkoket på svartlutandelen bare å tilsette relativt lite formalin. Disse forholdsregler er enkle og billige. Limkoket kan utføres ved vanlig trykk og ved temperaturer under 100°C og i høyst 3 timer. Den ekstra tilsetning av formaldehyd på slutten har vist seg å om-danne svartlutens organiske sulfider slik at den ubehagelige lukt forsvinner.

Muligheten av å anvende sulfatsvartlut i opprinnelig form istedenfor isolert lignin medfører store fordeler. Da avluten er alkalisk, behøves det ikke å tilføre svartlutkomponenten ekstra alkali. Operasjoner som ansyring, filtrering og ny tilførsel av alkali blir overflødige. Limkoket blir billigere enn limkok på fenol ved at der kan anvendes lav temperatur (f.eks. 70°C). Det er funnet at også en svartlut som er skånsomt oksydert med luft (jfr. det nedenstående eksempel 9), kan utnyttes for limfabrikasjon. Det er derfor neppe nødvendig å anvende reaksjonstreg beskyttelsesgass ved limfabrikasjonen. Viskositeten av oppløsninger av svartlutlim stiger bare langsomt ved oppbevaring ved værelsetemperatur.

Da svartluter fra den såkalte sodacellulose-kokeprosess, hvor natriumhydroksyd er det aktive reagens, er alkaliske likedan som sulfatsvartluter og inneholder alkaliligniner og produkter fra alkalisk nedbrytning av ved av hovedsakelig samme art som i sulfatsvartluter, sier det seg selv at også svartluter fra sodaprosessen kan anvendes som utgangsmateriale ved den foreliggende oppfinnelse analogt med sulfatsvartluter.

Den lave pris for svartlutlimet ifølge oppfinnelsen åpner nye muligheter for liming av billige treprodukter, som bark, bar og vedavfall av forskjellig art, halm, bagasse etc., som det knapt kan lønne seg å lime med kostbare lim. En fagmann med kjennskap til fiberprodukter vil lett innse at der foruten de nevnte materialer finnes en lang rekke mer eller mindre sekundære fibermaterialer som kan komme i betraktning for liming med billig svartlutlim, og likeledes at den skisserte innstilling av surhetsgraden til det svakt alkaliske område kan utføres på

mange forskjellige måter. Den lykkes godt med svovelsyre, eddiksyre eller melkesyre, men det lar seg selvsagt også gjøre å bruke mange andre sure eller syredannende materialer. Hva man velger, vil vesentlig bero på hva som finnes nærmest og billigst for hånden. Tenkelige materialer er sure kondensater fra indunstning av sulfittavlut eller andre sure avluter fra kjemiske eller halv kjemiske cellulosekok eller fra tørrdestillasjon av ved, utspedd, rå svovelsyre fremkommet ved katalytisk oksydasjon av svoveldioksyd i røkgasser ved hjelp av luft og aktivt kull som katalysator, samt sluttelig kationbyttere av forskjellig art. Noe som også kan komme på tale, er treflis eller spon som ved oppvarming, særlig i alkalisk oppløsning, avgir eddiksyre og andre organiske syrer. En spesiell gruppe av ansyringsmidler er de såkalte latente herdere, hvortil hører substanser som estre, inklusive alkylhalogenider, -karbonater og -sulfater, samt videre anhydrider og laktoner som ved oppvarming i alkalisk oppløsning danner salter av forskjellige syrer.

Ved innstillingen av pH-verdien kan visse deler av limet falle ut som finere eller grovere slam eller danne kolloidale oppløsninger. Også her finnes der variasjonsmuligheter som en fagmann lett vil se, f.eks. anvendelse av emulgatorer eller begrensende mengder organiske oppløsningsmidler.

En annen form for variasjonsmuligheter ligger i valget av separat eller sam-kok av fenollim og svartlutlim, som det fremgår av en sammenligning av det nedenstående eksempel 3 med eksemplene 1, 2 og 4-7. Videre kan man anvende svartluter fra kok av bar- eller løvtre, kokt til forskjellige pH-verdier. Andre variasjonsmuligheter består i kokning av både fenol- og svartlutlim til forskjellige viskositeter og anvendelse av forskjellige tilsetninger eller herdere, særlig ved liming av finér. Eksempler på slike herdere er kritt pulver, tremel, vavanittmel, quebracho og paraformaldehyd. Som det fremgår av eksemplene 7 og 8, kan det være gunstig å sløffe en eller annen komponent, i dette tilfelle quebracho-ekstrakten.

Den fenoliske bestanddel i fenolplastlimet behøver ikke nødvendigvis å være fenol, men kan også være en annen fenolisk substans med reaksjonsevne overfor formaldehyd, f.eks. kresoler, andre alkylfenoler eller blandinger av dem.

Oppfinnelsen vil i det følgende bli belyst mer i detalj ved eksempler:

Eksempel 1

Svartlutlim:

250,4 g svartlut fra cellulosekok på bartre med ca. 2/3 furu (*Pinus sylvestris* L) og 1/3 gran (*Picea abies*) med tørrstoffinnhold 51,2% og innhold av organisk substans bestemt ifølge den av Centrallaboratoriet i Helsingfors foreskrevne analysemetode 58:64 (CCA 23:48) 38,2% samt spesifikk vekt $d=1,33$ fikk 39,4 ml 35%'s formalin tilsatt og ble oppvarmet med stigerør i 3 timer ved 70°C samt deretter utspedd med 101,8 ml vann. Etter inndunstning av produktet i vakuum ved ca. 80°C til et tørrstoff innhold av 39,4% fås 1068 Asv.Spec. vekt $d = 1,21$, viskositet (Ford cup nr. 2) 19,0 cP ved 20°C - etter 4 døgn ved værelsetemperatur stadig 19,0 cP.

Fenollim:

30 g fenol, 28,5 ml natriumhydroksydoppløsning og 48,8 ml 35%'s formalin ble blandet og oppvarmet med stigerør i 3 timer ved 90°C, hvorefter der ble tilsatt 32,1 ml vann. Man fikk 1068 B fen. Beregnet tørrstoffinnhold 36,0%, mengde anvendt fenol 20,3% av limets vekt. Spesifikk vekt $d = 1,10$, viskositet for fersk prøve 27,0 cP - etter 4 døgn ved værelsetemperatur stadig 27,0 cP.

177,9 g av svartlutlimet 1068 Asv og 54,6 g fenollim 1068 B fen ble blandet. Mengden av anvendt fenol var 19,1% av summen av mengdene av fenol og organisk substans i svartluten. Til denne blanding satte man 5,3 ml 35,5%'s formalin. Man fikk et blandingslim 1068 AB form, tørrstoffinnhold 38,5%, $d = 1,18$, viskositet for ferskt lim 24,9 cP - etter 1 døgn ved værelsetemperatur 27,0 cP.

Til 5 g av blandingslimet 1068 AB form satte man 6 dråper (= 0,22 ml) 12 n svovelsyre og 1,2 g av en tilsatskombinasjon K bestående av 42% vavanitt, 21% quebracho-ekstrakt, 10,5% hvetemel og 26,3% kritt, alt i findelt form. pH-verdien var deretter 9,4, målt potensiometrisk på prøver utspedd med vann i forholdet 1:10. Blandingslimet gir ingen reaksjon på hydrogensulfid med blyacetatpapir etter ansyring med saltsyre 1:3 og skånsom opp-

oppvarmning, noe som viser fravær av sulfidioner (S^{--} og SH^-).
 Liming 6 min ved $150^{\circ}C$: Mekanisk fasthet på lufttørr bjerkefinér $^{xx}17,4^{xx}19,2$ kp/cm².

Etter henstand natten over i kar med vann på bunnen:
 Fuktighetsøkning i finéren 4,3, resp. 4,7 fasthet $^{xx}27,3^{xx}23,6$ kp/cm². Kryssene her betyr at den ene eller begge limfuger i prøvestykket holdt godt mot bending for hånd. Bendingsforsøket med opprinnelig lufttørr finér ble foretatt etterat prøvestykket hadde fått stå i vann i 18-20 timer ved værelsetemperatur. Understrekede tall betyr: Fullt opptrukken linje: treet helt brukket før limet; prikket linje: treet rispet opp. Fasthetsfaktor (antall kryss) 7 av 8 mulige.

Eksempel 2

Svartlutlim 1070 Csv ble fremstilt analogt med 1068 Asv (Eksempel 1) av 243,3 g svartlut og 38,7 ml 35%'s formalin ved oppvarmning i 3 timer ved $70^{\circ}C$ og tilsetning av 64,1 ml vann. Tørrstoffinnholdet var deretter 39,9%, $d = 1,23$.

Fenollim 1070 B fen ble fremstilt analogt med 1068 B fen i eksempel 1.

212,5 g 1070 Csv ble blandet med 69,6 g 1070 B fen og 36,4 g 35%'s formalin og man fikk 1070 BC form. Tørrstoffinnhold 38,5%, spesifikk vekt $d = 1,18$, viskositet ved værelsetemperatur for fersk prøve (Ford cup nr. 2) 37,7 cP, viskositet etter 11 døgn ved værelsetemperatur 273 cP. Prøve på hydrogensulfid med blyacetatpapir (se eksempel 1) negativ. Til 5 g av denne blanding ble der satt 10 dråper (= 0,20 ml) 9,5-molar melkesyre og 1,2 g av samme tilsetning K som i eksempel 1. pH var deretter 8,95. Liming i 6 min ved $150^{\circ}C$: Fasthet for lufttørr bjerkefinér $^{xx}17,4^{xx}17,4$ kp/cm². Fuktighetsøkning 4,2; 4,2%, fasthet $^{xx}21,7^{xx}26,5$ kp/cm². Fasthetsfaktor 7 av 8 mulige.

Eksempel 3

5,8 g fenol, 6,15 ml 4 n natriumhydroksydoppløsning, 8,45 ml 35%'s formalin og 6,1 ml vann ble oppvarmet i 3 timer ved $90^{\circ}C$ og forsynt med en tilsetning av 58,3 g svartlut med tørrstoffinnhold 55,2% samt et innhold av organisk substans på 38,6% fra sulfatcellulosekok på bjerkeved, hvorefter der ble tilsatt 9,3 ml 35%'s formalin og oppvarmet i 3 timer ved $70^{\circ}C$. Man til-

førte 21 ml vann og fikk samkokt bjerkelim L 3319 b. Tørrstoffinnholdet var 38,9% og mengden av anvendt fenol 20,5% av summen av mengdene av fenol og organisk substans i svartluten. Viskositet for ferskt lim ca. 30 cP, etter 1 døgn ved værelsetemperatur ca. 35 og etter ialt 4 3/4 døgn ca. 40 cP. Til 5 g av blandingen ble der satt 0,22 ml 16,6-molar eddiksyre og 1,2 g av tilsetning K (se eksempel 1). pH-verdien bestemt som i eksempel 1, var deretter 8,6. Liming i 6 min ved 150°C: Fasthet for lufttørr bjerkefinér ^{xx}13,0^{xx}14 kp/cm². Fuktighetsøkning 4,7; 5,5%, fasthet ^{xx}14,7^{xx}21,9 kp/cm². Fasthetsfaktor 8 av 8 mulige.

Eksempel 4

Dette eksempel ble utført på samme måte som eksempel 3, når unntas at der istedenfor 0,22 ml 16,6-molar eddiksyre ble anvendt 0,22 ml 12 n svovelsyre. pH deretter 7,5. Liming i 6 min ved 150°C: Fasthet for lufttørr bjerkefinér ^x13,6^{xx}17,4 kp. Fuktighetsøkning 5,3; 5,3%, fasthet ^{xx}22,3^{xx}18,9 kp/cm². Fasthetsfaktor 8 av 8 mulige.

Eksempel 5

(L 3301, 23 o. 24)

Svartlutlim:

78,0 g av samme bartresvartlut som i eksempel 1 ble forsynt med 12,5 ml 35%'s formalin og varmet opp i 4,5 timer ved 70°C. Der ble tilsatt 32,5 ml vann, hvorefter tørrstoffinnholdet var 36% og viskositeten på ferskt lim 30,7 cP, etter 5 døgn ved værelsetemperatur 36,6 cP, etter ytterligere 3 døgn 40,7 cP og etter 12 døgn 77,9 cP.

Fenollim:

57 g fenol, 53,5 ml 4 n natriumhydroksydoppløsning og 78 ml 35%'s formalin ble varmet opp i 4 timer ved 90°C. Der ble tilsatt 60 ml vann. Tørrstoffinnhold deretter ca. 36%, viskositet 23 døgn etter fremstillingen 146 cP.

Man blandet 4 g av svartlutlimet og 1 g av fenollimet og tilsatte deretter 0,22 ml 16,6-molar eddiksyre, 1,4 g vavanittkombinasjon K (se eksempel 1) og 0,2 g paraformaldehyd. pH bestemt som i eksempel 1 var deretter 7,4. Liming i 7 min ved 150°C: Fasthet for lufttørr bjerkefinér ^{xx}15,5^{xx}20,8 kp/cm².

Fuktighet 5,1; 5,3%. Fasthet deretter $^{xx}23,7^{xx}29,9$ kp/cm².
Fasthetsfaktor 8 av 8 mulige.

Eksempel 6

Dette eksempel ble utført som eksempel 5, når unntas at svartlutlimet bare ble varmet opp i 3 timer ved 70°C. Viskositet for svartlutlimet ferskt 21,8 cP, etter 5 døgn ved værelsetemperatur 24,0 cP, etter ytterligere 8 døgn 28,0 cP, 7 døgn senere 36,6 cP. Blandingslimets pH-verdi bestemt som i eksempel 1 var 7,4. Liming i 7 min ved 150°C: Fasthet for lufttørr bjerkefinér $^{xx}11,2^{xx}21,4$ kp, fuktøkning 4,8; 5,3%, fasthet deretter $^{xx}18,8^{xx}25$ kp. Fasthetsfaktor 8 av 8 mulige.

Eksempel 7

120 g fenol, 112,4 ml 4-molar natriumhydroksydoppløsning og 165,6 ml 35%'s formalin ble varmet opp i 2 timer og 55 minutter ved 87°C under anvendelse av tilbakeløpskjøler. Viskositeten av det fremkomne fenollim Bj 796 var deretter 180 cP. Det hadde et tørrstoffinnhold av 46,9%, og mengden av anvendt fenol var 28,1% av limets vekt.

125,7 g av fenollimet Bj 796, 208 g av sulfatsvartlut fra kok på bartre samt den svartlut som ble nevnt i eksempel 1, men med tørrstoffinnhold 53,0% og et innhold av organisk substans på 39,7%, samt 35,6 ml 35%'s formalin ble varmet opp i 1 time og 35 minutter ved 70°C under anvendelse av tilbakeløpskjøler. Viskositeten av det fremkomne lim Bj 798 var deretter 162 cP. Dette lim hadde et tørrstoffinnhold av 49,1%, og mengden av anvendt fenol var 30% av summen av mengdene av fenol og svartlutens organiske substans.

Til 5 g av limet Bj 798 ble der satt 1,2 g av en blanding av tilsetninger som inneholdt 0,64 g vavanitt, 0,40 g kritt og 0,16 g hvetemel - altså uten quebracho-ekstrakt - samt enn videre 1,2 ml 1,95-molar svovelsyre. Det beregnede tørrstoffinnhold, frasett tilsetningsblandingen og bare medregnet vannet i den tilsatte utspedde svovelsyre, utgjorde 40,0%. pH bestemt som i eksempel 1 var 10,3. Liming i 6 min ved 150°C og et trykk av 17 kp/cm²: Fasthet på tre prøver av lufttørr bjerkefinér: $^{xx}23,9$, $^{xx}24,2$, $^{xx}24,2$ kp/cm². Fuktøkning 5,0; 5,2%, fasthet for fuktet, limet og deretter vannbehandlet bjerkefinér

$^{xx}28$, $^{xx}30,2$, $^{xx}25,8$ kp/cm². Fasthetsfaktor: 12 av 12 mulige.

Eksempel 8

Dette eksempel var maken til eksempel 7, når unntas at tilføyet 1,2 ml svovelsyre var 2,25-molar, og at tilføyet 1,2 g tilsatzmiddel inneholdt 0,3 g furubarkpulver og 0,9 g av en blanding av vavanitt, kritt og hvetemel maken til den som ble brukt i eksempel 7. pH målt som i eksempel 1 etter tilsetning av tilsatzmidlene var 9,9. Liming i 6 min ved 150°C og et trykk av 17 kp/cm²: Fasthet for tre prøver av limet, lufttørr bjerkefinér: $^{xx}23,6$, $^{xx}22,8$, $^{xx}21,7$ kp/cm². Fuktøkning 5,7%, fasthet etter behandling med vann ved værelsetemperatur $^{xx}25,6$, $^{xx}25,9$, $^{xx}23,9$ kp/cm². Fasthetsfaktor 12 av 12 mulige.

Eksempel 9

28,2 g fenol, 26,1 ml 4-molar natriumhydroksydoppløsning og 38,9 ml 35%'s formalin ble innført i en kolbe i et vannbad ved værelsetemperatur. Vannbadet ble varmet opp til 90°C, og limblanding ble holdt på denne temperatur i 4 timer under anvendelse av tilbakeløpskjøler. Viskositeten for det fremkomne fenollim 3387 f var 1064 cP. Det hadde et tørrstoffinnhold av 37,0%, og mengden av anvendt fenol var 28,2% av limets vekt.

26,5 g av fenollimet 3387 f og 58,3 g sulfatsvartlut fremkommet ved kok på en blanding av ca. 65% bjerkeved og 35% bartre, lett oksydert med luft og med tørrstoffinnhold 51,8% samt et innhold av 39,0% organisk substans, ble varmet opp sammen med 10,2 ml 35%'s formalin og 14,2 ml vann i 1 time og 30 minutter ved 70°C. Det fremkomne lim 3391 b hadde en viskositet av 37 cP ved værelsetemperatur og et tørrstoffinnhold av 42,3%. Mengden av anvendt fenol var 20,3% av summen av mengdene av fenol og organisk substans i svartluten.

Til 5 g av limet 3391 b ble der føyet 1,2 g av blandingen "K" av vavanitt m.v. som i eksempel 1, og 0,38 ml 6-molar svovelsyre. pH målt som i eksempel 1 var 9,15. Liming i 6 min ved 145°C og et trykk av 17 kp/cm²: Fasthet for to prøver på limt lufttørr bjerkefinér $^{xx}18,0$, $^{xx}23,2$ kp/cm². Fuktøkning 9,6; 8,5%, fasthet etter behandling med vann ved værelsetemperatur $^{xx}30$, $^{xx}31,0$ kp/cm². Fasthetsfaktor 8 av 8 mulige.

137125

P a t e n t k r a v :

Fremgangsmåte til fremstilling av lim for fiberprodukter, særlig lignocellulose- og trematerialer som finér og sponplater, innbefattende å bringe formaldehyd eller formaldehyd-avgivende forbindelser til reaksjon med sulfatligninholdige produkter, k a r a k t e r i s e r t v e d at svartlut fra sulfatcellulosekok ved oppvarmning bringes til å reagere med formaldehyd, at det fremkomne reaksjonsprodukt under oppvarmning, eventuelt under oppvarmning i en og samme operasjon som den nevnte reaksjon, blandes med fenolformaldehydharpiks i så stor mengde at forholdet mellom svartlutens organiske substans og harpiksfenol blir 5:1 -2:1, hvorefter blandingens pH innstilles på en verdi av 7-10,5, og eventuelt at der etter avkjøling tilsettes blandingen 2-15% formaldehyd, regnet på limets organiske substans.