

NORGE

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 129911



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(51) Int. Cl. C 08 g 33/02
D 21 h 3/48

(52) Kl. 39b⁵-33/02
55f-16

(21) Patentsøknad nr. 4145/70
(22) Inngitt 30.10.1970
(23) Løpedag 30.10.1970
(41) Søknaden alment tilgjengelig fra 3.5.1971
(44) Søknaden utlagt og
utlegningsskrift utgitt 10.6.1974

(30) Prioritet begjært fra: 31.10.-69, 17.9.1970 USA,
nr. 873.118, 73.236

(71)(73) THE DOW CHEMICAL COMPANY, (a Corporation of Delaware),
929 East Main Street, Midland, Mich., USA.

(72) Joseph McClendon Baggett,
Route No. 1, Freeport,
Brazoria, Tex., USA.

(74) Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll.

(54) Fremgangsmåte for fremstilling av vann-
opløselige ammoniakk/amin-epiklorhydrinharpikser.

Nærværende oppfinnelse angår en forbedret fremgangsmåte for fremstilling av vannopløselige epiklorhydrin-ammoniakk- og epiklorhydrin-polyaminharpikser.

Reaksjonen av ammoniakk og polyaminer med epiklorhydrin for å gi herdeharpikser er tidligere blitt utført ved en fremgangsmåte hvor de to reaktanter er blitt kombinert og omsatt i et eneste reaksjonstrinn. Uløselige, kryssbundne plaster som er nyttige som ionebytterharpikser er blitt fremstilt ved slike fremgangsmåter ved bruk av enten et vandig eller vannfritt organisk reaksjonsmedium. Tilsvarende er vannopløselige harpikser blitt fremstilt i en entrinnsprosess ved å omsette epiklorhydrin med vandig ammoniakk og polyaminer i for-

129911

skjellige forhold. Disse harpikser er blitt brukt som bindemidler i tekstiltrykningspastaer, som overflateaktive midler, og som midler for behandling av tekstilfibre eller plastfilmer for å fremme adhesjonen for farger og plastbelegg. Slike harpikser gir også øket våtstyrke til papir når de tilsettes til papirmassen på et passende trinn.

Det er nå funnet at man ved en spesiell tottrinnsprosess kan fremstille epiklorhydrin-ammoniakk- og epiklorhydrin-polyamin-harpikser som er forbausende gode som våtstyrkeadditiver for papir. Polyisopropanolamin- eller N-substituerte polyisopropanolaminharpikser oppnådd slik skiller seg på en måte som ikke er helt klarlagt, fra de harpikser som er oppnådd ved den kjente entrinnsmetode, og gir papir med vesentlig bedre våtstyrke.

Oppfinnelsen angår derfor en fremgangsmåte for fremstilling av vannoppløselige ammoniakk/amin-epiklorhydrinharpikser med forbedret våtstyrke for papir ved omsetning av epiklorhydrin med ammoniakk eller alifatiske polyaminer som har minst 2 aminhydrogenatomer pr. molekyl, eller en blanding av ammoniakk og amin, i vandig oppløsning, karakterisert ved at man utfører omsetningen i en tottrinnsprosess, hvorved man først fremstiller en prepolymer-oppløsning ved omsetning av 0,3 til 0,7 mol epiklorhydrin med en atom-ekvivalent av aminhydrogen som inneholdes i ammoniakk, alifatisk polyamin eller blandingen av ammoniakk og amin, idet denne prepolymer-reaksjonsblanding holdes i temperaturområdet 0-100°C inntil alt epiklorhydrin er omsatt, hvorefter 0,5-1,7 vektdeler epiklorhydrin tilsettes prepolymer-oppløsningen for hver vektdel prepolymer i oppløsningen, og reaksjonen slutføres ved 40-100°C.

Prepolymerløsningen kan lett fremstilles ved tilsetning av epiklorhydrin til en omrørt løsning inneholdende 10 til 40 vekt% ammoniakk og/eller alifatisk polyamin, og reaksjonen utføres ved 0 til 30°C inntil den eksoterme reaksjonen opphører. Reaksjonen fortsettes så uten temperaturendring i et tidsrom av 5 til 30 timer og slutføres ved 40 til 100°C på 0,2 til 5 timer. Det foretrekkes ved fremstillingen av prepolymeren å tilsette 0,4 til 0,5 moldel epiklorhydrin pr. ammoniakk- og aminhydrogen til en vandig løsning inneholdende 20 til 30 vekt% ammoniakk og/eller amin.

Spesielt gode resultater oppnås ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen når prepolymerløsningen fortynnes til 30 til 65 vekt%, den andre del av epiklorhydrinet tilsettes og reaksjonen slutføres ved 40 til 100°C og fortrinnsvis ved 50 til 80°C.

Aminet som brukes ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen har fortrinnsvis 3 eller 4 aminhydrogenatomer. Polyaminene som fremstilles, er således alkylpolyaminer og polyalkylpolyaminer omfattende alkylendiaminer med 2 til 10 karbonatomer, f.eks. etylendiamin, propylendiamin, 1,4-butandiamin, dietylntriamin, N-metylendiamin, 1,6-heksandiamin og trietylentetramin, og andre polyaminer.

Mens minimum difunksjonalitet hos nitrogenbasereaktanten er nødvendig for å gjennomføre fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen, dvs. slik at produktet er termoherdbart, kan det anvendes en liten mengde av et enverdig amin som kjedeforlenger og -modifiserer. Således kan opp til 10 molprosent av nitrogenbasen være et amin slik som etanolamin, butylamin og oktylamin.

Det første trinn i den nye fremgangsmåten utføres fortrinnsvis ved å tilsette de første 0,3 til 0,7 mol, fortrinnsvis 0,4 - 0,5 mol, epiklorhydrin med en ekvivalent av reaktivt aminhydrogen som inneholdt i ammoniakk, polyamin eller blandinger derav i ca. 20-30 prosentig vandig løsning ved 0-40°C og å holde denne temperatur inntil den eksoterme reaksjonen i hovedsak har opphørt. Dette trenger vanligvis fra 1 til 10 timer, avhengig av volumene av de anvendte reaktanter. Andre konsentrasjoner av vandig ammoniakk eller polyamin kan brukes i det første reaksjonstrinn, for eksempel alle konsentrasjoner i området 10-40 %. Reaksjonsblandingen blir så passende oppvarmet, fortrinnsvis med i det minste omrøring av og til, ved den samme temperatur i ytterligere 1 til 30 timer, så oppvarmet i ytterligere 0,2 til 5 timer ved 50-100°C. Reaksjonsutviklingen blir i dette første fremgangsmåtettrinn hensiktsmessig fulgt ved å bestemme tilstedeværende vannløselig uorganisk klorid, for eksempel ved Volhard-titrering med sølvnitrat. Reaksjonen skal på dette trinn forløpe inntil den ioniserbare kloridkonsentrasjonen har en maksimumsverdi. Dette maksimum angir det punkt ved hvilket

hovedsakelig all epiklorhydrin har reagert.

Prepolymerløsningen kan justeres ved fortykning med vann til et faststoffinnhold på 20-75 vekt% i dette avsluttende oppvarmningstrinn for å gjøre arbeidet mer hensiktsmessig.

I annet reaksjonstrinn omsettes prepolymeren eller den intermediære plastoppløsning fortrinnsvis med ca. en lik vekt basert på fast plast av tilleggsepiklorhydrin, f.eks. ca. 0,75-1,25 deler epiklorhydrin pr. del plast. Dette reaksjonstrinn utføres ved 40-100°C, fortrinnsvis ved 50-80°C, i en reaksjonstid på 0,2-5 timer, fortrinnsvis slik at hovedsakelig alt det tilsatte epiklorhydrin omsettes.

Et biprodukt i begge trinn av den beskrevne fremgangsmåte er 1,3-diklor-2-propanol eller glyceroldiklorhydrin. Denne forbindelse som er løselig i vann, forblir oppløst i plastoppløsningsproduktet for hvert trinn. Det er vanligvis ikke noen fordel å fjerne den fra den intermediære plastoppløsningen, men det er vanligvis ønskelig å skille dette biprodukt fra den endelige plastoppløsningen før denne løsning brukes som additiv i papirmasse. Enhver konvensjonell separasjonsmåte slik som løsningsmiddelekstraksjon eller destillasjon kan brukes. En hensiktsmessig adskillelse oppnås ved å destillere glyceroldiklorhydrin som dens azeotrop med vann under redusert trykk. Eventuelt gjenværende uomsatt epiklorhydrin kan fjernes på samme måte.

Hvis mer enn det definerte maksimum på 1,7 vektdeler epiklorhydrin kan tilsettes til prepolymeroppløsningen i annet prosessstrinn, fører dette bare til at meget mer biprodukt eller uomsatt materiale må fjernes fra den endelige plastoppløsningen.

Epiklorhydrin-nitrogenbaseplastproduktet ifølge denne nye fremgangsmåte absorberes lett av cellulosefibre. Det tilsettes fortrinnsvis til en papirmasseoppslemming på et punkt som tillater ordentlig blanding før dannelsen av papirarket slik som f.eks. i hollenderen, massebingen eller innløpskassen. Papir kan være enhver vanlig masse omfattende kjemisk og mekanisk fremstilt tremasse, klutemasse og lignende cellulosefibre. Mengde additiver avhenger av den spesielle masse og den ønskede våtstyrke. Brukbar forbedring av våtstyrken oppnås med 0,1-5 % plasttørrstoff basert på tørrvekten av papirmassen. Optimal ytelse oppnås vanligvis med en tilsetning av 0,2-1 vekt%. Etter be-

handling av massen med den vandige plastoppløsningen omdanner den vanlige papirtørkecyklusen ved 50-150°C plasten til et kryssbundet, uløselig fast stoff som gir betydelig våtstyrke til det behandlede papiret. De mest foretrukne plaster for dette bruk er de som fremstilles ved omsetning av epiklorhydrin med ammoniakk eller en blanding av ammoniakk med en liten mengde polyamin slik som etylendiamin. Polyaminkomponenten kan også være blandede aminer, slik som blandinger av etylendiamin og dietylentriamin eller etylendiamin pluss propylendiamin, for eksempel.

EKSEMPEL 1

En 5 liters reaksjonskolbe utstyrt med tilbakeløpskjøler, omrører, termometer og tilførselstrakt ble tilsatt 431 g (7g-mol) 28-30%-ig vandig ammoniakk og dekket neddykket i et kjølebad. Med temperaturen i reaksjonsblandingen holdt på 16-20°C ble 925 g (10g-mol) epiklorhydrin tilsatt i løpet av 4 timer. Ved slutten av tilsetningen ble reaksjonsblandingen omrørt i ytterligere 16 timer ved den samme temperaturen, så ble 330 g vann tilsatt og blandingen ble oppvarmet til 100°C og kjølt til romtemperatur i løpet av en 2 timers periode. Den oppnådde plastoppløsningen var en klar gulaktig sirup inneholdende 62-63% faste stoffer og 11,75%-ig innhold av ioniserbart klorid.

Plast fra det ovenstående eksperiment og plaster fremstilt i de følgende eksempler ble testet som våtstyrkeadditiver for papir ved følgende fremgangsmåte:

Ubleket kraft-masse ble behandlet til en Kanadisk standard frihet (TAPPI-metode T227M-58) på 500 ml i en hollender. Massen ble fortynnet til 0,25 prosent faststoffer og pH justert som nødvendig med enten saltsyre eller natronlut. Den ønskede mengde plast ble blandet med testoppslemmingen av masse i ett minutt, og så ble arkene fremstilt på en britisk håndarkmaskin (TAPPI-metode T205M-58). Testarkene ble tørket ved 130°C i 30 sekunder og så herdet i 1 time ved 105°C. Etter kondisjonering ved romtemperatur ble testarkene lagt i vann i 2 timer før målingen av bruddstyrken etter TAPPI-metode (T403M-58).

De følgende våtbruddstyrkedata ble oppnådd ved å bruke plastproduktet fra foregående eksempel:

129911

6

Plasttilsetning	Styrke
<u>Vektdeler/2000 vektdeler masse</u>	<u>kg/cm²</u>
5	0,27
10	0,40
20	0,78
30	0,97

En blanding av 200 vektdeler av denne prepolymerplast med 100 deler epiklorhydrin og 200 deler vann ble omrørt ved 95-98°C i 2 timer og avkjølt til romtemperatur. Biproduktet 1,3-diklor-2-propanol ble fjernet som vannazeotrop ved vakuumdestillasjon slik at det som destillasjonsrest oppnås en klar, gulaktig plastoppløsning inneholdende 33 vekt% faste stoffer. Denne plast gir følgende våtbruddstyrkeegenskaper til papir når den tilsettes til papirmassen i den ovenfor angitte testmetode.

Plasttilsetning	Styrke
<u>vektdeler/2000 vektdeler masse</u>	<u>kg/cm²</u>
5	0,63
10	1,03
20	1,59
30	2,22

EKSEMPEL 2

En prepolymerplastoppløsning med 62% tørrstoffinnhold og 10,5% ioniserbart klorid ble fremstilt ved bruk av i hovedsaken de samme mengder av reaktanter og ved fremgangsmåtene som er beskrevet i eksempel 1. En 200 g porsjon av denne prepolymeroppløsning ble omrørt ved 50°C mens 100 g epiklorhydrin ble tilsatt dråpevis i løpet av 10 minutter. Temperaturen i reaksjonsblandingen steg til 55°C i 30 minutter og falt så til badtemperaturen på 50°C. Blandingen ble oppvarmet til 75-80°C i 1 time for å fullføre reaksjonen hvorunder viskositeten i blandingen øket merkbart, og 300 g vann ble tilsatt for å redusere den. Den oppnådde løsning inneholdt 17 vekt%, 1,3-diklor-2-propanol ved gass-væske-kromatografi, og en prøve tørket ved 115°C viste et innhold på 32% faste stoffer.

Etter å ha fjernet diklorpropanolen som tidligere ble plasten testet som papiradditiv som beskrevet ovenfor for å oppnå

de følgende våtbruddstyrkedata:

Plasttilsetning	Styrke
<u>vektdele/2000 vektdele masse</u>	<u>kg/cm²</u>
5	0,82
10	1,30
20	1,84
30	2,40

Prepolymerer og ferdige plaster ble fremstilt i hovedsak som vist i eksempel 1 ved bruk av forskjellige forhold av epiklorhydrin til ammoniakk i prepolymeroppløsningen. Sluttoppvarmning av prepolymeroppløsningen ble fortsatt i hvert tilfelle inntil ioniserbart kloridinnhold hadde nådd en maksimal verdi. I hvert tilfelle ble også prepolymeroppløsningen med innhold av faste stoffer på 62% og ioniserbart klorid som vist, omsatt med 0,5 vektdele epiklorhydrin for å fremstille den endelige plast. Våtbruddstyrketester på papir ble utført som før ved bruk av 62%-ige plastoppløsninger.

Forsøk nr.	Prepolymer Molforhold	Våtstyrketest			
	Epi. NH ₃	Ioniserbart klorid ⁺⁺	vektdele/2000 vektdele masse	pre-polymer	kg/cm ² plast
1 ⁺	2,0 1,0	9,9	10	0,31	0,65
			30	0,51	0,99
2	1,67 1,0	10,5	10	0,28	0,88
			30	0,35	1,19
3	1,42 1,0	12,2	10	0,25	1,06
			30	0,30	1,90
4	1,25 1,0	13,7	10	0,45	1,49
			30	0,49	2,07
5	1,0 1,0	--prepolymer gelerte		---	----

⁺1,3-diklor-2-propanol fjernet fra ferdig plast ved destillasjon som vannazeotrop. I andre eksempler ble dette utført ved ekstraksjon med metylenklorid.

⁺⁺Disse tall representerer fra 45% til 66% av det totale klorid som teoretisk kan være til stede i prepolymeroppløsningen, basert på 60 vekt% faste stoffer.

Med reaksjonstemperaturen holdt på 16-20°C ved et kjølebad ble 10 g-mol epiklorhydrin tilsatt i løpet av 4 timer til 7 g-mol ammoniakk i 28%-ig vandig løsning i en reaksjonskolbe utstyrt med omrører, tilbakeløpskjøler, termometer og dryppetrakt. Etter tilsetningen ble reaksjonsblandingen omrørt i ytterligere 16 timer ved samme temperatur og så ble 330 g vann tilsatt. Det oppnådde melkeaktige innhold ble oppvarmet i 45 minutter ved 50-60°C for å oppnå en klar prepolymeroppløsning inneholdende 6,2% ioniserbart klorid og 61% faste stoffer.

(A) En del av denne prepolymeroppløsning ble fortynnet med vann til 40% faste stoffer, og 100 g av den fortynnede oppløsning ble oppvarmet ved 70-80°C mens 40 g epiklorhydrin ble tilsatt i løpet av ca. 10 minutter. Reaksjonsblandingen ble omrørt ved 70-80°C i ytterligere 2 timer.

(B) En annen del av prepolymeroppløsningen ble oppvarmet i 45 minutter ved 65-70°C for å nå en ioniserbar kloridverdi på 9,7%. Denne oppløsning ble så fortynnet til 40% faste stoffer og en 100 g porsjon ble omsatt med 40 g epiklorhydrin og oppvarmet som i (A).

(C) En tredje del av prepolymeroppløsningen ble oppvarmet i 45 minutter ved 65-70°C og så i 55 minutter ved 90-95°C. Ved dette punkt hadde innholdet av ioniserbart klorid stabilisert seg på 10,7%. Denne prøve ble fortynnet til 40% faststoffer og 100 g av den fortynnede oppløsning ble omsatt med 40 g epiklorhydrin og oppvarmet som i (A).

Ferdigfremstilte plaster fra (A), (B) og (C) ble testet som våtstyrkeadditiver for papir etter de metoder som er beskrevet tidligere. Våtbruddstyrkedata ved forskjellige plasttilsetninger er angitt i følgende tabell.

Tilsetning	Våtbruddstyrke, kg/cm ²		
vektdele/2000			
vektdele masse	A (6,2% Cl ⁻)	B (9,7% Cl ⁻)	C (10,7% Cl ⁻)
5	0,53	0,69	0,88
10	0,80	0,98	1,35
15	1,01	1,24	1,77
20	1,21	1,40	1,98

Tallene for ioniserbart klorid i (A), (B) og (C) representerer 29-51% av det totale klor som teoretisk kan være til

stede i prepolymeroppløsningen.

En ammoniakk-epiklorhydrinplast ble fremstilt for sammenlignings skyld ved å bruke den kjente ett-trinnsprosess som følger:

En reaksjonskolbe inneholdende en blanding av 425 g (7,0 mol) 28%-ig vandig ammoniakk og 330 g vann ble avkjølt til 10°C i et kjølebad og 1765 g (19,1 mol) epiklorhydrin ble tilsatt med 1,2 ml/min. med omrøring ved en reaksjonstemperatur på 10-22°C. Etter at tilsetningen var fullført ble reaksjonsblandingen omrørt i 18 timer ved romtemperatur, så ble den oppvarmet til 75-85°C i 1 time, avkjølt og fortynnet med 2520 g vann. Produktet var en tynn, lysegul oppløsning inneholdende 34 vekt% faststoffer, 11,5% 1,3-diklor-2-propanol og ingen spor av uomsatt epiklorhydrin. Diklorpropanolen ble avdampet ved vakuumdestillasjon for å gi en ferdig oppløsning av polymer. Denne ble testet ifølge de tidligere beskrevne metoder som et additiv til papirmasse for å forbedre våtstyrken i det ferdige papiret. Resultatene var som vist i følgende tabell.

Plasttilsetning vektdele/2000 <u>vektdele masse</u>	Styrke kg/cm ²
5	0,42
10	0,58
20	0,78
30	0,92

Ammoniakk-epiklorhydrinplasten fremstilt ifølge tidligere kjent metode er dårligere enn den tilsvarende plast fremstilt ifølge oppfinnelsen når det gjelder våtstyrkeegenskaper.

EKSEMPEL 3

En serie epiklorhydrin-aminplaster ble fremstilt ifølge den følgende generelle fremgangsmåte: En reaktorkolbe slik som beskrevet i eksempel 1 ble tilsatt et amin eller en amin-kombinasjon med 21 gramatomer aminhydrogen pluss tilstrekkelig vann for å danne en 28 vekt%-ig oppløsning. Denne ble avkjølt ved å dykke kolben i et kaldtvannsbad og 10 grammol epiklorhydrin ble tilsatt med en hastighet av 1-2 gram pr. min. for å holde reaksjonstemperaturen på 20-30°C. Reaksjonsblandingen fikk

reagere ved 20-25°C i 16 timer for å sikre fullstendig reaksjon, så ble blandingen oppvarmet langsomt til 95°C og hensto ved denne temperatur i 1 time.

Denne prepolymeroppløsning ble fortynnet med vann til et faststoffinnhold på 40%, og en 150 grams prøve ble ved 60-70°C omsatt med 60 g epiklorhydrin, og produktet ble digerert ved 70-75°C i 2 timer. Reaksjonsproduktet ble så ekstrahert med omtrent samme volum metylenklorid for å fjerne diklorpropanolbiproduktet fra den siste reaksjon. Den ekstraherte prøve ble destillert ved 30°C under redusert trykk for å oppnå den endelige plast.

Ved ovenstående fremgangsmåte ble 10 g-mol epiklorhydrin omsatt med en oppløsning av 315 g etylendiamin i 810 g vann. Den oppnådde prepolymeroppløsning var ravfarget, hadde 63% faststoffer og viskositet på 275 cp ved 25°C. Den ble testet som våtstyrkeadditiv for papir etter den metode som er beskrevet i eksempel 1 med de nedenfor angitte resultater.

Vektprosent prepolymer (av tørr fibervekt)	Våtbruddstyrke kg/cm ²
0,25	0,79
0,5	1,16
0,75	1,34
1,0	1,43

En prøve på 100 g av den ovenstående prepolymeroppløsning ble omrørt ved 50°C mens 63 g epiklorhydrin ble tilsatt, og reaksjonsblandingen fikk reagere i 2,5 timer ved 50°C. Produktet ble fortynnet til et innhold av faste stoffer på 40%, ekstrahert med metylenklorid, separert og oppløsningsmidlet ble fordampet under redusert trykk. Denne plast ble testet som ovenfor som et våtstyrkeadditiv for papir med resultater som vist.

Vektprosent ferdig plast	Våtbruddstyrke kg/cm ²
0,25	1,16
0,5	1,68
0,75	1,74
1,0	2,10

En ferdig plast ble laget fra den ovenstående prepolymer ved å fortynne 118 g av prepolymeroppløsningen med 37 g vann og å tilsette 50 g epiklorhydrin ved 70°C i løpet av 30 minutter. Reaksjonsblandingen ble så omrørt i 1,5 timer ved denne temperatur for å gi en plastoppløsning inneholdende 45,5% faste stoffer. Testing av dette produkt i papirmasse etter vasking med metylenklorid for å fjerne biproduktet diklorisopropanol og vakuumfordamping som tidligere, ga følgende resultater:

<u>Plasttilsetning</u> <u>kg/2000 kg masse</u>	<u>Våtbruddstyrke</u> <u>kg/cm²</u>
5	2,02
10	2,50
15	2,72
20	2,42

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåte for fremstilling av vannoppløselige ammoniakk/amin-epiklorhydrinharpikser med forbedret våtstyrke for papir ved omsetning av epiklorhydrin med ammoniakk eller alifatisk polyaminer som har minst 2 aminhydrogenatomer pr. molekyl, eller en blanding av ammoniakk og amin, i vandig oppløsning, k a r a k t e r i s e r t ved at man utfører omsetningen i en to-trinns-prosess, hvorved man først fremstiller en prepolymer-oppløsning ved omsetning av 0,3 til 0,7 mol epiklorhydrin med en atom-ekvivalent av aminhydrogen som inneholdes i ammoniakk, alifatisk polyamin eller blandingen av ammoniakk og amin, idet denne prepolymer-reaksjonsblanding holdes i temperaturområdet 0-100°C inntil alt epiklorhydrin er omsatt, hvorefter 0,5-1,7 vektdeler epiklorhydrin tilsettes prepolymer-oppløsningen for hver vektdel prepolymer i oppløsningen, og reaksjonen sluttføres ved 40-100°C.
2. Fremgangsmåte i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at prepolymeroppløsningen fortynnes til 30 til 65 vektprosent, den annen del av epiklorhydrinet tilsettes og reaksjonen sluttføres ved 50 til 80°C.

EKSEMPEL 4

Ved å bruke fremgangsmåten i eksempel 3 ble 433 g dietylentriamin i 1123 g vann omsatt med 925 g epiklorhydrin og det oppnås en 55% oppløsning av prepolymer beregnet som faste stoffer med en viskositet på 1325 cp ved 25°C.

En prøve på 50 g av den ovenfor nevnte prepolymer-oppløsning ble oppløst i 148 g vann og omsatt med 28,6 g epiklorhydrin ved 50°C i 1,75 timer, så ble blandingen oppvarmet langsomt til 85°C og digerert i 0,5 time ved den temperaturen. Våtstyrketestresultater på papir var som følger:

<u>Vektprosent</u> <u>polymer</u>	<u>Våtbruddstyrke</u> <u>kg/cm²</u>
0,25	1,07
0,5	1,35
0,75	1,63
1,0	1,72

EKSEMPEL 5

Ved å bruke fremgangsmåten i eksempel 3 ble en blanding av 348 g 1,6-heksandiamin og 122, 1 g 28%-ig vandig ammoniakk (totalt 18 gramatomer aminhydrogen) i 348 g vann omsatt med 925 g epiklorhydrin ved 18-24°C, det siste reagens ble tilsatt med ca. 1,5-1,8 gram pr. min. Blandingen fikk så reagere i 16 timer ved 25°C, hvorefter den ble oppvarmet til 80°C og holdt ved denne temperatur i 2 timer. Den oppnådde ravfargede prepolymeroppløsning inneholdt 52,6% faste stoffer og hadde en viskositet på 54 cp ved 25°C. Innhold av ionisk klorid, basert på innhold av faststoffer på 62%, var 11,6%. Våtbruddstyrketester på papir laget av masse inneholdende prepolymerene som additiver viste følgende:

<u>Plasttilsetning</u> <u>kg/2000 kg masse</u>	<u>Våtbruddstyrke</u> <u>kg/cm²</u>
5	1,39
10	2,04
15	1,85
20	1,84