

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 101797

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.04.76 (P. 189077)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.02.77

Opis patentowy opublikowano: 15.05.1979

Int. Cl.²
C09J 3/26

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Ewa Reymann, Kazimierz Siwek

Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Drewna,
Poznań (Polska)

Sposób otrzymywania wzmocnionego kleju papierniczego

Przedmiotem wynalazku jest otrzymywanie wzmocnionego kleju papierniczego ze zmodyfikowanej kalafonii.

Wynalazek ma zastosowanie w przemyśle papierniczym do wyrobu papieru.

Znany jest sposób otrzymywania wzmocnionego kleju papierniczego z kalafonii zmodyfikowanej drogą jej zmydlenia roztworem węgla sodu, wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu i polega na tym, że całą ilość kalafonii stapia się w kotle wyposażonym w płaszcz grzejny i mieszadło lub doprowadza ją w postaci stopionej do kotła a następnie roztwór węgla sodu, wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu, po czym po zmydleniu kalafonii rozcieńcza się ją wodą zwykłą lub zmiekkoną do stężenia 65–75%.

Znany jest również sposób, w którym najpierw doprowadza się do kotła roztwór ługu a następnie przy włączonym mieszadle rozdrobnioną lub stopioną kalafonię. Niedogodnością tych sposobów jest występowanie nadmiernego kipienia, jak też nierównomiernego zmydlenia kalafonii, przejawiającego się w powstawaniu zbryleń i grudek co jest przyczyną złej jakości wytworzonego kleju, a niekiedy zupełnego zniszczenia całej jego masy.

Inny sposób wytwarzania wzmocnionego kleju papierniczego znany jest z polskiego opisu patentowego nr 97497, polega on na modyfikacji przez kondensację terpentynowego roztworu żywicy, zmydleniu zmodyfikowanego półproduktu, oddestylowaniu rozpuszczalnika oraz rozcieńczeniu wodą pozostałości podestylacyjnej do wymaganej konsystencji, lub oddestylowaniu ze zmodyfikowanego roztworu żywicy terpentyny i zmydleniu zmodyfikowanej kalafonii a następnie rozcieńczeniu kleju do wymaganego stężenia.

Terpentynowy roztwór żywicy zawierający 60–70% składników stałych modyfikuje się w temperaturze 75–90°C mieszaniną bezwodnika kwasu maleinowego użytego w ilości 2–10%, formaldehydu lub paraformaldehydu w ilości 0,25–8% i katalizatora w postaci stężonego kwasu siarkowego w ilości 0,01–0,2% w stosunku do ilości stałych składników żywicy.

Sposób wytwarzania wzmocnionego kleju papierniczego według wynalazku polega na modyfikacji przez kondensację kalafonii balsamicznej, ekstrakcyjnej lub talowej, najkorzystniej uzyskanej bezpośrednio z procesu jej wytwarzania, lub ich mieszaniny w temperaturze 140–220°C z formaldehydem, najkorzystniej w postaci paraformaldehydu w ilości 0,25–8% i/lub bezwodnikiem maleinowym w ilości 2–12% bez lub w obecności kataliza-

tora jak: kwas siarkowy, solny, siarka, chlorek cynku, chlorek glinu, w ilości 0,01–1,5% w stosunku do ilości kalafonii. Dozowanie reagentów prowadzi się przy włączonym mieszadło jednocześnie z katalizatorem i z płynną kalafonią o temperaturze 140–220°C, w czasie 10–60 min. Łączny czas modyfikacji kalafonii od chwili dozowania reagentów wynosi 20–180 min. Następnie zmodyfikowaną kalafonię o temperaturze 120–170°C dozuje się i miesza w sposób ciągły jednocześnie z roztworem ługu, korzystnie wodorotlenku sodu o stężeniu 20–35%, ogrzanego do temperatury 60–90°C, użytego w ilości 11–17% stałego wodorotlenku sodu dla uzyskania kleju o zawartości żywicy wolnej w granicach 3–30%.

Zmydlenie kalafonii zachodzi w procesie jednoczesnego dozowania i mieszania kalafonii z roztworem wodorotlenku sodu, a po jej zmydleniu dodaje się wodę dla rozcieńczenia kleju, korzystnie z hydroksypropylometylcelulozą w ilości 0,5–1,5% lub innym dyspergatorem oraz stopioną parafinę w ilości do 15% w stosunku do ilości kalafonii.

Dla wytworzenia kleju stosuje się również zmodyfikowaną kalafonię balsamiczną, lecz z odpowiednio większą ilością reagenta lub reagentów modyfikujących – paraformaldehydu w ilości 0,5–8% i/lub bezwodnika maleinowego w ilości 4–12% w obecności kwasu mineralnego np. kwasu siarkowego jako katalizatora w ilości 0,01–1,5% w stosunku do ilości kalafonii, zmieszaną ze zwykłą kalafonią niemodyfikowaną ekstrakcyjną lub talową dodaną w ilości 10–80% zmodyfikowanej kalafonii balsamicznej, które po ogrzaniu do temperatury 120–170°C dozuje się i miesza jednocześnie z roztworem ługu w analogiczny sposób jak przy zmydleniu zmodyfikowanej kalafonii bez dodatku kalafonii zwykłej.

Zaletą wynalazku jest otrzymanie jednowodnego, stabilnego kleju o dużej efektywności zaklejania papieru, łatwo rozpuszczalnego w wodzie, nie tworzącego żadnych osadów, co znacznie poprawia jakość kleju, jak też produkowanego papieru. Ponadto wytworzenie kleju według wynalazku skraca czas wykonania szarzy kleju o około 50%.

Zmydlenie zmodyfikowanej kalafonii balsamicznej zmieszanej ze zwykłą niemodyfikowaną kalafonią ekstrakcyjną lub talową według wynalazku umożliwia uzyskiwanie kleju o stosunkowo jasnej barwie, bardzo dużej efektywności zaklejania papieru i dużej trwałości. W procesie modyfikacji zwłaszcza kalafonii ekstrakcyjnej następuje intensywne pociemnienie barwy kalafonii, co wpływa ujemnie na barwę uzyskiwanego kleju i ograniczenie jego stosowania tylko do ciemniejszych gatunków papieru i tektury.

Wynalazek jest bliżej objaśniony na przykładach jego wykonania.

P r z y k ł a d I. Do reaktora wyposażonego w płaszcz grzejny oraz mieszadło doprowadza się z butli azot dla usunięcia powietrza, a następnie przez właz reaktora doprowadza się w stanie płynnym bezpośrednio z procesu wytwarzania 2.000 kg kalafonii ekstrakcyjnej ogrzanej do temperatury 160°C mieszając z prędkością 160 obrotów mieszadła na minutę jednocześnie z dozowaniem 40 kg paraformaldehydu oraz 4 kg stężonego kwasu siarkowego w czasie 10 minut. Następnie przy uruchomionym mieszadło w czasie 20 minut doprowadza się 120 kg stopionego bezwodnika maleinowego wraz z resztą kalafonii. Reakcje kondensacji prowadzi się w atmosferze azotu w temperaturze do 190°C i w łącznym czasie do 120 minut licząc od rozpoczęcia dozowania paraformaldehydu. Zmodyfikowaną kalafonię po jej ostudzeniu do 160°C w ilości 400 kg dozuje się do kotła o pojemności 1600 l, ogrzewanego parą, zaopatrzonego w mieszadło, jednocześnie z roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 30% w ilości 173 kg, zawierającego 52 kg stałego wodorotlenku sodu i 121 kg wody zmiękczonej, ogrzanego do temperatury 80°C mieszając z prędkością 260 obrotów mieszadła na minutę.

W początkowym stadium jednoczesnego dozowania i mieszania gorącej kalafonii z ogrzanym roztworem wodorotlenku sodu występuje pienienie kalafonii, jednak początkowa mała jej ilość w stosunku do pojemności kotła i natychmiastowe wymieszanie obydwu składników powoduje szybkie zmydlenie kalafonii, co osłabia tendencje do dalszego jej pienienia. Dozowanie w sposób ciągły dalsze ilości zmodyfikowanej kalafonii z roztworem wodorotlenku sodu również szybko się mieszają ze sobą oraz ze zmydloną już kalafonią doprowadzoną wcześniej, co ułatwia proces dalszego jej zmydlenia.

Wydzielająca się para wodna w czasie zmydlenia kalafonii jest odprowadzana na zewnątrz pomieszczenia wyciągiem mechanicznym zainstalowanym nad kotłem i/lub jest schładzana w chłodnicy zwrotnej, a kondensat ponownie odprowadzany do kotła. W końcu procesu dozowania obydwu składników – kalafonii z roztworem wodorotlenku sodu, kalafonia natychmiast miesza się z nim i z kalafonią już całkowicie zmydloną lub będącą w trakcie zmydlenia, stąd cały proces zachodzi równomiernie bez zakłóceń, wskutek czego zmydlenie kalafonii można prowadzić w temperaturze do 160°C i w otwartym kotle pod normalnym ciśnieniem. Po zakończeniu dozowania obydwu składników, które prowadzi się w czasie 60 minut oraz całkowitym zmydleniu zmodyfikowanej kalafonii obniża się temperaturę w kotle do 95–100°C przez wyłączenie lub zmniejszenie dopływu pary do kotła i przy włączonym mieszadło w czasie 15 minut wlewa się 100 l wody ogrzanej do temperatury 80°C oraz 20 kg stopionej parafiny, zaś w znany sposób sprawdza się gęstość uzyskanego kleju i w razie potrzeby

dolewa się odpowiednią ilość wody ogrzanej do temperatury 80°C dla uzyskania kleju o zawartości 70–75 substancji stałych, po czym zawartość tę miesza się w czasie 10 minut. Czas wytworzenia jednej szarży trwa od 90 do 120 minut.

Przykład II. Do reaktora wyposażonego w płaszcz grzejny oraz mieszadło doprowadza się z butli azot dla usunięcia powietrza, po czym doprowadza się powoli w stanie płynnym bezpośrednio z procesu wytwarzania 2000 kg kalafonii balsamicznej o temperaturze 160°C jednocześnie z dozowaniem 40 kg paraformaldehydu i 4 kg stężonego kwasu siarkowego w czasie 10 minut, a następnie 160 kg stopionego bezwodnika maleinowego wraz z resztą kalafonii w czasie 20 minut intensywnie mieszając dozowane składniki z prędkością 160 obrotów mieszadła na minutę.

Reakcje kondensacji prowadzi się w temperaturze 160–180°C w łącznym czasie 120 minut licząc od rozpoczęcia dozowania składników. 400 kg zmodyfikowanej kalafonii balsamicznej w podany sposób lub uzyskanej z modyfikacji roztworu żywicy analogicznymi ilościami tych samych reagentów dostarcza się do topielnika ogrzewanego parą pośrednią o ciśnieniu 12 atm, do którego wysypuje się następnie 200 kg rozdrobnionej, niemodyfikowanej kalafonii ekstrakcyjnej i stapia razem z nią. Stop zmieszanych kalafonii o temperaturze 160°C doprowadza się do kotła o pojemności 2000 l, zaopatrzonego w płaszcz ogrzewany parą o ciśnieniu 6 atm i mieszadło jednocześnie z roztworem wodorotlenku sodu o temperaturze 80°C i stężeniu 25% w ilości 336 kg, zawierającym 84 kg stałego wodorotlenku sodu i 252 kg wody, mieszając z prędkością 300 obrotów mieszadła na minutę. Czas jednoczesnego dozowania kalafonii z roztworem ługu wynosi 50–60 minut a temperatura zawartości kotła w czasie zmydlenia kalafonii zawiera się w granicach 160–100°C.

Po całkowitym zmydleniu kalafonii, która trwa łącznie z dozowaniem kalafonii i ługu 70–80 minut, obniża się temperaturę w kotle do 95–100°C przez wyłączenie lub zmniejszenie dopływu pary do kotła. Następnie w znany sposób sprawdza się gęstość kleju i dolewa odpowiednią ilość wody o temperaturze 70°C dla rozcieńczenia kleju do wymaganego stężenia. Dla uzyskania kleju o zawartości około 70% substancji stałych, dolewa się około 100 l wody, do której domieszano uprzednio 3 kg hydroksypropylometylo-celulozy. Zawartość kotła miesza się w czasie 10 minut i uzyskuje gotowy produkt, który spuszcza się do zbiornika kleju. Czas wytworzenia 1 szarży kleju wynosi 90–120 minut.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania wzmocnionego kleju papierniczego polegający na modyfikacji kalafonii, zmydleniu produktów modyfikacji oraz rozcieńczeniu gotowego produktu, z n a m i e n n y t y m, że modyfikuje się kalafonię balsamiczną, ekstrakcyjną, talową lub ich mieszaniny przez kondensację z paraformaldehydem w ilości 0,25–8% lub bezwodnikiem maleinowym w ilości 2–10% w obecności kwasu mineralnego jako katalizatora, korzystnie kwasu siarkowego w ilości 0,01–1,5% w stosunku do ilości kalafonii, przy czym dozowanie reagentów prowadzi się jednocześnie z katalizatorem i z płynną kalafonią o temperaturze 140–180°C, korzystnie uzyskaną bezpośrednio z procesu jej wytwarzania, po czym zmodyfikowaną kalafonię balsamiczną, ekstrakcyjną, talową lub ich mieszaniny, ogrzane do temperatury 120–160°C jednocześnie dozuje się i miesza z roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 20–35% ogrzanego do temperatury 60–90°C w ilości 11–17% stałego wodorotlenku sodu w stosunku do ilości zmodyfikowanej kalafonii, dla uzyskania kleju o zawartości żywicy wolnej w granicach 3–30%, po czym po zmydleniu dodaje się wodę dla rozcieńczenia kleju, korzystnie z hydroksypropylometylo-celulozą w ilości 0,5–1,5% oraz stopioną parafinę w ilości do 15% w stosunku do ilości kalafonii.

2. Sposób wytwarzania wzmocnionego kleju papierniczego polegający na modyfikacji kalafonii, zmydleniu produktu modyfikacji oraz rozcieńczeniu gotowego produktu, z n a m i e n n y t y m, że zmodyfikowaną kalafonię balsamiczną drogą kondensacji z paraformaldehydem w ilości 0,25–8% i/lub bezwodnikiem maleinowym w ilości 2–10% kwasu mineralnego jako katalizatora, korzystnie kwasu siarkowego w ilości 0,01–1,5% w stosunku do kalafonii, przy czym dozowanie reagentów prowadzi się równocześnie z katalizatorem i płynną kalafonią o temperaturze 140–180°C w czasie 15–180 minut, miesza się ze zwykłą kalafonią niemodyfikowaną ekstrakcyjną lub talową, dodane w ilościach 10–80% w stosunku do zmodyfikowanej kalafonii i po ogrzaniu stopu do temperatury 120–170°C dozuje się jednocześnie i miesza z roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 20–35% w ilości 11–17% stałego wodorotlenku sodu w stosunku do ilości kalafonii dla uzyskania kleju o zawartości żywicy wolnej w granicach 3–30%, po czym po zmydleniu dodaje się wodę do rozcieńczenia kleju do stężenia 60–75% korzystnie z hydroksy-propylometylocelulozą w ilości 0,5–1,5%.