



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 136365

(51) Int. cl.² C 09 J 3/14

(21) Patentsøknad nr. 3656/73

(22) Inngitt 19.09.73

(23) Løpedag 19.09.73

(41) Alment tilgjengelig fra 22.03.74

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 16.05.77

(30) Prioritet begjært 21.09.72, Frankrike, nr. 7233439

(54) Oppfinnelsens benevnelse Klebemiddel, særlig egnet for papir.

(71)(73) Søker/Patenthaver RHONE-PROGIL,
25 Quai Paul Doumer,
F-92408 Courbevoie,
Frankrike.

(72) Oppfinner RENÉ ARPIN,
Lyon,
Frankrike.

(74) Fullmektig Siv.ing. Henrik Levkowetz,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Alment tilgjengelig norsk søknad nr. 3162/72

Den foreliggende oppfinnelse vedrører et klebemiddel, særlig egnet for papir o.l., særlig bølgepapp og kreppet papir.

I fransk patentskrifter nr. 2.166.405 og 2.169.738 (norsk ansökning nr. 3162/72) er det tidligere foreslått et klebemiddel for lignende formål i form av en vandig dispersjon med tørrstoffinnhold mellom 20 og 85 vektprosent og som omfatter:

- a) 90 - 10 vektprosent mineralpartikler med dimensjoner mellom 0,1 og 120 mikron, valgt fra en materialgruppe bestående av karbonater og sulfater av kalsium, magnesium, aluminium og barium, samt
- b) 10 - 90 vektprosent av minst en kopolymer av styren og butadien i form av partikler med dimensjoner mellom 0,05 og 10 mikron.

Dette klebemiddel egner seg særlig for klebing ved ikke spesiell høy temperatur av papir, f.eks. under fremstilling av bølgepapp o.l. og tillater oppnåelse av en høy produksjonskapasitet på grunn av den korte herdningstid.

136365

I visse tilfeller hender det imidlertid at flater som er påført klebemiddel, må stå i luft i en viss tid før de bringes i berøring med hverandre. Den foreliggende oppfinnelse gjelder derfor en modifisering av det tidligere foreslåtte klebemiddel på en slik måte at det kan stå i luft i tynne lag i vesentlig lengere tid utan at klebemidlet mister sin klebevne. Den tid et klebemiddel kan stå i luft ved en gitt temperatur uten å miste sin klebevne betegnes i det følgende som "klebrighets-tid".

Dette oppnås i henhold til oppfinnelsen ved at klebemidlet inneholder et vannoppløselig, vann-tilbakeholdende middel i form av alkalimetallpolyakrylat i en vektandel på mellom $\frac{1}{15}$ og $\frac{10}{15}$ av midlets blanding med nevnte kopolymer av styren og butadien. Oppfinnelsen fremgår av kravene. Et sådant vann-tilbakeholdende middel betegnes som "vannoppløselig" både når det kan danne pseudo-oppløsninger og når de kan danne ekte oppløsninger.

Vektmengden av nevnte vann-tilbakeholdende middel i blandingen med styren-butadien-kopolymeren ligger i henhold til oppfinnelsen fortrinnsvis mellom $\frac{1}{10}$ og $\frac{2}{10}$.

Styren /butadien-kopolymeren inneholder fortrinnsvis en styrenmengde på mellom 40 og 75 vektprosent.

De anvendte mineralpartikler eller fyllstoffer kan bestå av naturlige malte mineraler, som f.eks. oolit-kalk, kalsitt, dolomit, barytt, eller av analoge forbindelser fremstilt på kjemisk måte. Det foretrekkes at minst 50% av disse fyllstoffer har en diameter på 0,05 til 20 mikron. Andre fyllstoffer som f.eks. silisiumdioksyd, kan innføres i mindre mengder (mindre enn 10 vektprosent av den samlede fyllstoffmengde).

Klebemidlet har fortrinnsvis en viskositet svarende til en utstrømningstid på 30 - 50 sekunder ved 20°C fra den beholder som er foreskrevet for den standardiserte målemetode i henhold til AFNOR N.F.T. 30.014.

Fremstillingen av klebemidlet skjer ved enkel blanding under omrøring ved å innføre i rekkefølge i en passende beholder komponentene bestående av polymerdispersjon, tilleggs vann, fyllstoffer og endelig det på forhånd oppløste vann-tilbakeholdende middel.

Selve klebestoff-påføringen skjer ved omgivelsestemperatur eller under svak oppvarming. Ved omgivelsenes temperatur kan den ovenfor definerte "klebrighetstid" overskride et minutt.

Klebmidlet i henhold til oppfinnelsen kan brukes for forskjellige klebinger av papir o.l., og særlig ved fremstilling av bølgepapp, kreppet papir og andre materialer som f.eks. tre og lær. Klebemidlet er særlig fordelaktig når man skal utføre flere arbeidsoperasjoner eller når det må gå en viss tid mellom påføringen av klebestoffet og det tidspunkt hvorved de klebestoff-påførte flater bringes i berøring med hverandre for sammenklebing. Dette er spesielt tilfellet ved fremstilling av papirsekker med store dimensjoner. Den lille vannmengde som brukes, bevirker ikke noen ødeleggelse av cellulosearkene under den følgende lagring, slik som det er tilfelle ved konvensjonelle klebemidler. En annen fordel ved oppfinnelsen viser seg særlig når slike sekker fylles ved forholdsvis høy temperatur, som f.eks. i cementfabrikker hvor produktet som kommer fra hetetromler innføres i sekker ved temperaturer på omkring 100°C. Det foreliggende klebemiddel tåler utmerket godt disse temperaturer. Dessuten forårsaker dispersjonene på grunn av deres svakt alkaliske pH ikke noen korrosjon av apparater eller beholdere.

De følgende utførelseeksempler skal anskueliggjøre bruken av klebemidlet ifølge oppfinnelsen og dets gode egenskaper, sammenlignet med det tidligere kjente klebemiddel uten vann-tilbakeholdende middel.

136365

EKSEMPEL 1

De klebmidler A og B som brukes ved prøvene, er vandige dispersjoner av henhv.:

- 250 og 240 vektdeler av en dispersjon med 50% tørrstoffinnhold i vann av en styren/butadien-kopolymer med 60% styren, i form av partikler med gjennomsnittlig diameter mellom 0.1 og 2 mikron,
- 444 og 412 vektdeler malt oolitisk karbonat med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på mellom 1 og 40 mikron (50% av partiklene har en diameter på 1 - 3 mikron)
- 88 og 114 vektdeler av en 15% oppløsning i vann av natriumpolyakrylat som selges av Societe Rhone-Progil under handelsbetegnelsen "ER-ZA 0.10".
- den nødvendige vannmengde (dvs. 216 henhv. 234 deler) for at vektprosent av tørrstoff skal bli 58 henhv. 53%.

Viskositeter målt på den ovennevnte måte svarer til utströmningstider på 40 henhv. 33 sekunder.

Alle de ovennevnte prosentangivelser og mengder refererer til vektprosent og vektandeler.

Klebmidlet fremstilles på den ovenfor beskrevne måte.

Det utføres prøver med disse klebmidler ved å bruke et riflet papir (for bølgepappfremstilling) med stort innhold av halv-kjemisk masse, med en vekt på 125 g/m^2 , og kraftpapir (for dekkpapair på bølgepappen) som veier 150 g/m^2 . Disse papirer holdes på forhånd i 48 timer i et klimarom ved $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ$ og ved $50\% \pm 1\%$ relativ fuktighet.

På et $100 \times 40 \text{ mm}$ stykke av det riflede papir heller man i bredderetningen og perpendikulært på retningen av papirfibrene ut en hinne av klebemiddel med en tykkelse på $0,05 \text{ mm}$ og en

136365

— bredde på 20 mm.

Herdningstidsforsøk - 0,5 sekunder etter uthellingen av klebemidlet anbringer man under et trykk på 50 g/cm^2 et $20 \times 80 \text{ mm}$ stykke av dekkpapiir. Den ru overflate av papiret bringes i beröring med klebemiddelhinnen og dets fibre er parallelle med fibre i det riflede papiir. Klebeflaten ($20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$) er således 4 cm^2 . Herdningstiden som er den minste tid som kreves for at aggregatet dannet på den ovenfor beskrevne måte skal kunne motstå en trekk-kraft av 25 g/cm^2 utövet loddrett på klebeplanet er 15 sekunder for klebemiddel A og 25 sekunder for klebemiddel B. Papirene sammenpresses inntil nevnte trekk-kraft påføres.

Sigeforsøk - papirene blir kuttet og trykket mot hverandre som beskrevet ovenfor. Trykket på 50 g/cm^2 opprettholdes i 30 sekunder. Prövene blir anbragt i det ovenfor nevnte klimarom i den samme tid, deretter opphengt i loddrett stilling ved hjelp av det riflede papiir i et ventilert törkekammer ved 120°C . En vekt på 500 g blir opphengt fra dekkpapiret. Man kan ikke konstatere noen svikt i klebingen i det plan hvor klebemidlet var påført.

Forsøk med "klebrighetstid" - man arbeider til å begynne med som ved herdningstidsforsöket, men man lar det passere forskjellige tider för man anbringer dekkpapiret på det riflede papiir, og man kan da bestemme den maksimale oppholdstid i luft for klebemiddelhinnen, hvorved den som ovenfor beskrevet, utförte klebing ennå kan motstå den samme trekk-kraft. Man konstaterer at denne tid er 30 sekunder for klebemiddel A og 110 sekunder for klebemiddel B.

EKSEMPEL 2

— Til sammenligning ble det fremstilt et klebemiddel i henhold til tidligere kjent teknikk og bestående av:

- 250 vektdeler av samme dispersjon av styren/butadien-kopolymer som angitt i eksempel 1,

136365

- 444 vektdeler av oolitisk karbonat av samme art som angitt i eksempel 1,
- 216 vektdeler vann.

Dette klebemiddel har således samme sammensetning som klebmiddel A i henhold til eksempel 1, bortsett fra at det mangler vannoppløselig, vann-tilbakeholdende middel.

Herdningstidsforsøk - ble utført på samme måte som angitt under eksempel 1, og det ble herunder påvist en herdingstid på 5 sekunder.

Forsøk med klebrighetstid - ble også utført som angitt ovenfor, og det viste seg da at denne tid var så kort som 3 - 4 sekunder. Det er således åpenbart at en tilsats av vannoppløselig, vann-tilbakeholdende middel medfører en meget påtagelig økning av klebrighetstiden.

Med hensyn til sigeforsøk av den art som er angitt under eksempel 1, viste det seg umulig å oppnå reproducerbare resultater med et rimelig antall forskjellige prøver, sansynligvis på grunn av den ovenfor angitte meget korte klebrighetstid.

PATENTKRAV

1. Klebemiddel, særlig egnet for papir, bølgepapp, kreppet papir e.l., i form av en vandig dispersjon med tørrstoffinnhold på mellom 20 og 85 vektprosent av den samlede dispersjon, idet tørrstoffet omfatter 90 - 10 vektprosent mineralpartikler med dimensjoner mellom 0,1 og 120 mikron, valgt fra en materialgruppe som består av karbonater og sulfater av kalsium, magnesium og barium, samt 10 - 90 vektprosent av minst en kopolymer av styren og butadien i form av partikler med dimensjoner mellom 0,05 og 10 mikron,

karakterisert ved at klebemidlet inneholder et vannoppløselig, vann-tilbakeholdende middel i form av alkali-metallpolyakrylat i en vektandel på mellom $\frac{1}{15}$ og $\frac{10}{15}$ av midlets blanding med nevnte kopolymer av styren og butadien.

2. Klebemiddel som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at innholdet
av alkalimetallpolyakrylat utgjør en vektandel mellom $\frac{1}{10}$ og $\frac{2}{10}$
av polyakrylatets blanding med nevnte kopolymerer av styren
og butadien.