



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 136462

(51) Int. Cl.² C 09 J 3/14

(21) Patentsøknad nr. 3162/72
(22) Inngitt 06.09.72
(23) Løpedag 06.09.72

(41) Alment tilgjengelig fra 13.03.73
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 31.05.77

(30) Prioritet begjært 10.09.71, 31.01.72, Frankrike, nr. 7132670, 7203118

(54) Oppfinnelsens benevnelse Vandig klebemiddeldispersjon.

(71)(73) Søker/Patenthaver RHÔNE-PROGIL,
6, rue Piccini,
F-75116 Paris,
Frankrike.

(72) Oppfinner RENÉ ARPIN, Lyon,
BERNARD LAISNEY, Lyon,
Frankrike.

(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner US patent nr. 3311581
Seifen-Öle-Fette-Wachse, 91Jg.,
Nr. 16, 1965, side 545 - 549.
Lüttgen: Technologie der Klebstoffe,
Teil I, 1959, side 262.

136462

Fremstillingen av bølgepapp omfatter vanligvis følgende trinn: i et første trinn sendes en papirbane, som vanligvis er fuktet, mellom oppvarmede, riflede sylindere. Deretter tilføres hurtig et klebemiddel på den ene siden av papiret som er tilsvarende riflet og stadig oppvarmet, og deretter anbringes straks etter en papirbane som vanligvis kalles dekklag på den riflede overflate med klebemiddel. Denne operasjon utføres vanligvis under oppvarming og trykk. Det oppnås således et material som består av en plan side og en riflet side, idet de to flatene er festet sammen i nivået for riflene med klebemiddel. Dette material kalles vanligvis enkeltside-bølgepapp.

Hvis man tilfører klebemiddel på de fri riflene av enkeltside-bølgepappen og dekker disse rifler med et annet dekklag, oppnås en dobbeltside-bølgepapp. Det er videre mulig å fremstille dobbel-dobbeltside bølgepapp ved å kombinere en dobbeltside-bølgepapp med en enkeltside-bølgepapp (mot den riflede del av den sistnevnte) og på tilsvarende måte trippelside-bølgepapp.

På grunn av de høye hastigheter som de disponible industrielle maskiner kan arbeide med (mer enn 200 m/min.) er de primære egenskaper som sammenføyningsmidlet må ha en tilfredsstillende "hefteevne" og en hurtig festeevne. Uttrykket "hefteevne", som ofte benyttes i denne industribransje kan defineres som egenskapen til et klebemiddel som er i stand til å danne en

136462

tilstrekkelig binding straks etter at klebemidlet og substratet er bragt i kontakt med hverandre under et lett trykk. Klebeevnen bør vanligvis opptre i løpet av ca. 0,1 sek. Festeevnen kan defineres som egenskapen til et klebemiddel til å danne en binding mellom "dekklaget" og "riflelaget", som er slik at den ikke påvirkes av brå bevegelser av pappen. En festeevne er hurtig hvis den inntreffer i løpet av 1 - 5 sek. etter påføringen av sammenføyningsmidlet.

Generelt kan det sies at de kjente klebemidler har denne hurtige festeegenskap i forskjellige grader. Disse klebemidler er vanligvis fremstilt ut fra løselige silikater, som f.eks. natriumsilikat (SKEIST - HANDBOOK OF ADHESIVES - 1962 side 92), gelatinert stivelse eller blandinger av ikke-gelatinert stivelse og et middel som virker som bæremiddel for denne "rå" stivelse, som f.eks. gelatinert stivelse (US patentskrift 2.102.937). For å oppnå forbedring av visse egenskaper som f.eks. motstand overfor vann av den oppnådde papp, har man likeledes foreslått å benytte blandinger basert på stivelsesmaterialer og en termoherdbar harpiks som f.eks. ureaformaldehyd eller melaminformaldehyd (fransk patentskrift 1.585.311) eller også en fenolformaldehydharpiks (kanadisk patentskrift nr. 846.239).

Flesteparten av ovennevnte blandinger har til felles at de inneholder stivelse, som eneste bestanddel eller som hovedbestanddel. Ulempen ved slike klebemidler er at de alltid må fremstilles ved relativt høye temperaturer (for å fremkalle sprengning av hele eller deler av stivelsen). Ved fremstilling av enkeltside-bølgepapp utgjør ikke påføring av klebemiddel ved høy temperatur en alvorlig ulempe siden dannelsen av riflene bare kan utføres på oppvarmede valser og påføringen av klebemidlet utføres straks etter denne dannelsen. Derimot, hvis man ønsker å fremstille dobbeltside-bølgepapp, dobbel-dobbelside-bølgepapp eller en trippelside-bølgepapp medfører anvendelse av klebemidler basert på stivelse at papp-platen må sendes inn over oppvarmede bord for å gjøre det mulig å påføre klebemiddel, sprengning av stivelsen og tørking av pappen. Av teknologiske grunner er det videre vanskelig å fremstille blandinger med tørrstoffinnhold høyere enn 20 - 30%, og dette skaper et problem med å fjerne det

store vannvolum.

136462

Bruk av klebemidler "i kald tilstand", dvs. ved en temperatur lavere enn 50 - 60°C, gjør det selvfølgelig mulig å unngå ulempen med "oppvarming" av klebemidler basert på stivelse. En blanding som kan anvendes ved slike temperaturer er beskrevet i det franske patentskrift nr. 1.488.773. Denne blanding består av en del leire i suspensjon i en vandig løsning som inneholder polyvinylalkohol, et komplekst titanoksalat og ammoniumbikarbonat. Når denne blanding påføres ved en temperatur på 25 - 30°C vil den alltid ha den ulempe at den bare sikrer en svak klebing av dekklaget til det riflede lag. Dessuten har blandingen på grunn av den sure pH en tendens til å korrodere apparatet for påføring av limet. Videre fører affiniteten til vann av polyvinylalkoholene til sammenføyninger med forholdsvis dårlig vannfasthet.

På den annen side er det foreslått å unngå problemet med å fjerne vannet ved å anvende klebemidler som påføres i smeltet tilstand. Foruten at denne teknikk på nytt reiser problemet med varm utførelse, dvs. med et øket energiforbruk, kan den ikke anvendes generelt, men gjør det nødvendig med spesielle anordninger, som de som er beskrevet i det franske patentskrift 1.532.690.

Den foreliggende oppfinnelse gjør det mulig å unngå de ovennevnte ulemper. Mer spesielt angår oppfinnelsen en klebemiddelblanding som kan anvendes i de aktuelle maskiner for fremstilling av bølgepapp, som kan fremstilles ved bare litt forhøyet temperatur for å gi en motstandsdyktig sammenføyning. Videre har disse blandingene et meget høyt tørrstoffinnhold.

Oppfinnelsen vedrører således en vandig klebemiddeldispersjon, spesielt egnet for fremstilling av bølgepapp, med et tørrstoffinnhold av syntetiske polymerer eller kopolymerer med partikkelstørrelse mellom 0,05 og 10 µm, et uorganisk fyllstoff og eventuelt et herdbart prekondensat av formaldehyd og fenol eller en aminoplast-danner, og eventuelt en katalysator for herding av prekondensatet, samt eventuelt et dispergeringsmiddel og/eller et mykningsmiddel, og det særegne ved de vandige klebemiddel-

138462

4

dispersjoner i henhold til oppfinnelsen er at tørrstoffet omfatter:

- a) 10 til 90 vektdeler av en eller flere homopolymerer av vinylacetat eller styren, kopolymerer av vinylacetat med minst en monomer som har minst en etylenumettet binding, eller kopolymerer av styren med minst en monomer som har to etylenumettede bindinger, og
- b) 90 til 10 vektdeler kalsiumkarbonat med partikkelstørrelse mellom 0,1 og 120 μm ,

idet det totale tørrstoffinnhold i dispersjonen utgjør 50 - 85 vektprosent av dispersjonen, og prekondensatet, når det er tilstede utgjør 0,1 - 15 vektprosent i forhold til total vekt av tørrstoff, og omfatter et omsetningsprodukt av en fenol, urinstoff, N,N'-etylen-urinstoff, dicyandiamid eller aminotriazin.

Disse og andre trekk ved oppfinnelsen fremgår av patentkravene.

Som tørrstoffinnhold betegnes den prosentvise vektdel av produkter som oppnås etter oppvarming av dispersjonen i 1 time ved 105°C på dampbad (ifølge norm ISO nr. ISO/R - 1625 - 1970 F).

De polymerer som anvendes er i og for seg kjent anvendt i klebemidler. Likså er fyllstoffet, blant en rekke andre, kjent anvendt i klebemidler. Den spesielle kombinasjon som utgjør oppfinnelsen er imidlertid ny, og oppfinnelsen byr på vesentlige fordeler, særlig hva angår hurtig tørking og liming ved lave temperaturer av lag av bølgepapp.

Som eksempel på monomerer som kan kopolymeriseres med vinylacetat kan det nevnes etylen, propylen, vinylestere av lineære, mettede alifatiske karboksylsyrer med mer enn 12 karbonatomer, fortrinnsvis mellom 3 og 12 karbonatomer, som f.eks. vinylpropionat, vinylbutyrat, vinylaurat, vinylestere av mettede, alifatiske karboksylsyrer med 5 - 12 karbonatomer og hvori karboksylgruppen har et tertiært eller kvartært karbonatom i α -stilling, krotonsyre, akrylsyre eller metakrylsyre såvel som

alkyl-estere derav med alkylgruppe med 1 - 10 karbonatomer, som f.eks. akrylater og metakrylater av metylheksyl, etyl, butyl etyl-2-heksyl og amider derav, som f.eks. akrylamid eller metakrylamid, dikarboksylsyrer med en umettet etylenbinding, som f.eks. maleinsyrer eller fumarsyrer såvel som deres mono- eller diestere av alkyl, hvor den eller de innholdte alkylgruppene inneholder 4 - 10 karbonatomer, som f.eks. maleatene eller fumaratene av dibutyl, diheksyl, butyl og heksyl og 2-etylheksyl.

Det skal forstås at kopolymerene kan oppnås ut fra mer enn 2 monomerer. For eksempel ved kopolymerer av vinylacetat som benyttes i oppfinnelsen kan det angis kopolymerer basert på vinylacetat og butylmaleat og/eller 2-etylheksylakrylat, kopolymerer av vinylacetat med butylacetat og krotonsyre, kopolymerer av vinylacetat med etylen og, eventuelt med akrylsyre. Det kan likeledes anvendes blandinger, f.eks. homopolymerer av vinylacetat med en kopolymer av vinylacetat/2-etylheksylakrylat. Kopolymerene inneholder vanligvis mellom 50 og 90 vektprosent vinylacetat. Hvis kopolymerene inneholder fri karboksylgrupper utgjør delen av monomer med slike grupper vanligvis mellom 0,1 og 10 vektprosent av de totale monomerer som er underkastet polymerisasjonen.

I kopolymerer av styren kan den eller de andre monomerer velges blant umettede monomerer med minst to dobbeltbindinger. Vanligvis benyttes butadien som ko-monomer.

Mengden av styren i disse kopolymerer utgjør vanligvis mellom 40 og 75 vektprosent.

Fremstillingen av de forskjellige homopolymerer og kopolymerer kan utføres ifølge kjente metoder.

De ovennevnte polymerer og spesielt kopolymerene som inneholder et kopolymerisert mykningsmiddel, som f.eks. butylmaleat, kan anvendes. Det er likeledes mulig å benytte et ekstra tilsatt mykningsmiddel. Disse mykningsmidlene kan være av den type som vanligvis benyttes, som f.eks. ftalater, adipater, azelater, sebacater. Vanligvis benyttes dibutyl- eller 2-dietylheksyl-

136462

ftalat. Hvis det anvendes et tilsatt mykningsmiddel utgjör dette vanligvis mellom 5 og 50 vektprosent av den totale vekt av polymeren.

Blandingene ifölge oppfinnelsen foreligger i form av vandige dispersjoner og det er fordelaktig å benytte et eller flere dispergeringsmidler eller stabilisatorer. Dette middel som bör være løselig i vann velges vanligvis blant anioniske dispergeringsmidler eller ikke-ioniske dispergeringsmidler.

Som eksempel på anioniske dispergeringsmidler kan det nevnes natriumsalter eller kalsiumsalter av fosforsyrer (heksametafosforsyre), mettede fettsyrer med 5 - 18 karbonatomer, sulfonerte fettsyrestere, alkylsulfonater og natriumsulfonater (alkylgruppene inneholder 6 - 18 karbonatomer), alkylbenzensulfonsyrer og alkylbenzennatriumsulfonater, alkylsulfonatriumsuccinater, alkylkaliummalonater, kondensater av etylenoksyd og alkylfenolsulfater.

Som eksempel på ikke-ioniske dispergeringsmidler kan det nevnes polyvinylalkoholer, hydroksyetylcellulose, kondensater av alkylfenoler eller fettalkoholer og etylenoksyd samt vegetabiliske oljer som er polyoksyetylert.

Det kan også benyttes andre dispergeringsmidler eller stabilisatorer som f.eks. de som er nevnt i "Detergents and Emulsifiers" utgitt i 1964 av John W. Mc Cutcheon, Inc.

Vanligvis utgjör dispergeringsmidlet mellom 0,5 og 10 vektprosent av chargin.

Som fyllstoff anvendes kalsiumkarbonat med partikkelstørrelse mellom 0,1 og 120 μm .

Disse partiklene kan ha forskjellige strukturformer. Som eksempel på disse fyllstoffer kan det nevnes spesielt kalsiumkarbonat i form av oolitiske partikler.

Vanligvis har 50 vektprosent av fyllstoffet som benyttes ifølge oppfinnelsen en diameter mellom 0,5 og 20 μm .

Fremstillingen av klebemidlene ifølge oppfinnelsen kan utføres ved ganske enkelt å sammenblande under omrøring de forskjellige bestanddeler som er nevnt ovenfor med vann. Dette kan selvfølgelig utføres i flere trinn. Det er således mulig, i et første trinn, å fremstille en vandig dispersjon av polymeren som er myknet eller ikke, eventuelt i nærvær av et dispergeringsmiddel, og deretter innføre kalsiumkarbonatet. Likeledes kan man begynne med å dispergere fyllstoffet.

Denne utførelse kan - og dette utgjør en av fordelene ved blandingene i følge oppfinnelsen - utføres ved romtemperatur, men man kan også fremstille blandingen ved meget høyere temperatur, f.eks. ved 60 - 80°C.

Ved en utførelsesform for oppfinnelsen forbedres vannfastheten i de oppnådde sammenføyninger ved ytterligere å innføre en termoherdbar harpiks i blandingene.

Ved denne spesielle utførelsesform medanvendes mellom 0,1 og 15 vektprosent, basert på totalvekt av tørrstoffet i dispersjonen, av et prekondensat dannet ved omsetning av formaldehyd med en forbindelse valgt blant gruppen bestående av fenol, urinstoff, N,N'-etylenurinstoff, dicyandiamid og aminotriazin.

Som prekondensat betegnes et produkt med litt forhøyet molekylvekt (vanligvis mellom 300 og 2000) som har fysikalske og kjemiske egenskaper forskjellig fra utgangsforsbindelsene, og som vanligvis er løselige eller blandbare med vann og/eller organiske løsningsmidler, samt at de kan underkastes omdannelse, under innvirkning av varme og/eller en reaktiv komponent, til en tilstand hvor harpiksen blir praktisk talt uløselig i organiske løsningsmidler.

Prekondensatene som benyttes i oppfinnelsen er valgt blant produkter som er godt kjente. Mer spesielt oppnås prekondensater av fenol/formaldehyd (gruppe A) vanligvis ved å omsette 1 til

136462

3 mol formaldehyd med 1 mol av en fenol.

Som eksempel på fenoler kan det nevnes fenol, polyfenoler som f.eks. resorcin, pyrokatekin, hydrokinon, floroglucin, alkyl-cykloalkyl- eller arylfenoler som f.eks. kresoler eller xylenoler, p-tert.vinylfenol, p.cykloheksylfenol, p.fenylfenol. Likeledes kan det nevnes bis(p.hydroksyfenyl)metan eller bis(p.hydroksyfenyl)-2,2-propan. Det kan selvfølgelig benyttes blandinger av disse fenoler.

Kondensjonsreaksjonen som fører til disse prekondensater eller "resoler" utføres vanligvis i alkalisk miljø.

Disse prekondensater fra gruppe A, som fortrinnsvis benyttes er væsker som kan blandes med vann. De kan således lett innføres i blandingene. Det kan også alltid benyttes væsker som ikke er blandbare med vann. I dette tilfelle er det fordelaktig å danne vannemulsjoner av forbindelsene i nærvær av vanlige overflateaktive midler, før de innføres i blandingene.

Prekondensatene av formaldehyd med urinstoff, N,N'-etylen-urinstoff dicyandiamid eller et aminotriazin (gruppe B) oppnås vanligvis ved kondensasjon av formaldehyd og den nitrogenholdige forbindelse i et svakt surt eller svakt alkalisk miljø.

Vanligvis er reaksjonsandelene slik at man benytter minst 0,6 og høyst 2,2 mol formaldehyd pr. NH_2 -gruppe. Vanligvis blir disse prekondensater foretret i varierende grad med en alkohol med 1 - 6 karbonatomer, som f.eks. metanol, etanol og butanol.

Blant aminotriazinene som kan benyttes for å oppnå slike prekondensater kan det nevnes melamin, acetoguanamin, benzoguanamin, formoguanamin, N-(t.butyl)melaminer, N-(t.oktyl)melaminer, hvori t.oktylgruppen har formelen $-\text{C}(\text{CH}_3)_2 - \text{CH}_2 - \text{C}(\text{CH}_3)_3$, amelin, klorguanamin, hydroksybenzoguanamin, 6-metyl-2,4-diamino-1,3,5-triazin, 2,4,6-trihydrazin-1,3,5-triazin, 2,4,6-trietyl-amino-1,3,5-triazin. Likeledes kan det benyttes tris(N,N-dialkyl)melamin, f.eks. tris (N,N-dimetyl)melamin.

Prekondensatene fra gruppe B innarbeides likeledes i blandingene i form av en organisk eller vandig løsning, (hvis prekondensatet er løselig i vann). De kan likeledes anvendes i form av pulver av partikkelstørrelse mellom 10 og 100 μm . Dette pulver kan dispergeres direkte i klebemiddelblandingen. Herdingen av prekondensatene fra gruppene A og B kan økes ved oppvarming til mellom 30 og 60°C i 1 til 4 timer og/eller ved innføring av en syrekatalysator, som f.eks. mineralsyrer (saltsyre, salpetersyre, fosforsyre) eller organiske syrer (maursyre, maleinsyre, eddiksyre, paratoluensulfonsyre).

I tilfellet med harpiksene fenol/formaldehyd kan det likeledes anvendes andre katalysatortyper, som f.eks. laktonene beskrevet i det tyske patentskrift nr. 1.065.605. Hvis det anvendes en katalysator utgjør mengden av denne vanligvis mellom 0,1 og 20 vektprosent av det benyttede prekondensat.

Det skal bemerkes at anvendelse av katalysatorer ikke er absolutt nødvendig og spesielt hvis pH i klebemiddelblandingen er litt sur (f.eks. hvis det anvendes polymerer basert på vinylacetat som delvis hydrolyseres i nærvær av vannet i blandingen) kan herdingen av prekondensatene fra gruppe B utføres uten tilsetning av katalysatorer.

Det skal videre presiseres at kontakten for klebemiddelblandingen med det riflede lag og overlaget som er oppvarmet på forhånd fører til at temperaturen i klebemiddelblandingen stiger og dette fremmer hastigheten for herding av prekondensatene.

Metodene for fremstilling av klebemiddelblandingen kan varieres. Det er således mulig å tilsette prekondensatet (flytende eller fast) til dispersjonen av polymeren og deretter tilsette vann, f.eks. i en mengde som gjør det mulig å oppnå ønsket konsentrasjon og eventuelt katalysator og dispergeringsmiddel, for deretter å innføre fyllstoffet.

Man kan likeledes blande dispersjonen av polymeren i vann, fyllstoffet og deretter prekondensatet og katalysatoren hvis ikke løsningen er sur.

136462

Den første metode benyttes fortrinnsvis i den foreliggende oppfinnelse når katalysatoren er av sur natur da innføring av fyllstoffet bare har innvirkning i det siste tilfelle, idet reaksjonen for herding av prekondensatet under innvirkning av syren (frigjort fra vinylpolymeren og/eller tilsatt til blandingen) er igangsatt før denne syre nøytraliseres av fyllstoffet. Hvis altså herdingsreaksjonen kan aktiveres av andre midler enn nærvær av en syrekatalysator (f.eks. av varme) kan man i stedet innføre prekondensatet i blandingen som allerede inneholder alle de andre bestanddeler.

Videre, selv om blandingene har den fordel at de kan ha et høyt innhold av faste materialer (inntil 85% tørrstoffinnhold) har de alle rheologiske egenskaper som gjør at de kan benyttes med vanlige maskiner for fremstilling av bølgepapp.

Den primære anvendelse av de vanlige klebemiddeldispersjoner ifølge oppfinnelsen er for fremstilling av bølgepapp. Andre fordeler er at dispersjonene ifølge oppfinnelsen ikke virker slipende på maskinvalsene, at de hefter meget hurtig og sikrer en stor styrke i de sammenlimte deler. Blandingene kan benyttes for andre formål, som f.eks. sammenliming av papir, trevirke og skinn. De modifiserte blandinger representerer dessuten en spesiell høy vannfasthet, noe som gjør dem meget fordelaktig for anvendelse ved liming av deler som utsettes for vann i flytende tilstand eller damp. Denne egenskap er spesielt gunstig ved fremstilling av bølgepapp som skal lagres i kjølerom.

De følgende eksempler beskriver oppfinnelsen.

EKSEMPEL 1

Det som skal fremstilles er en enkeltside-bølgepapp-plate, ifølge generelle prinsipper for industrielle maskiner for fremstilling av bølgepapp. Forsøksbetingelsene er følgende:

- fremstillingshastighet: 100 m/min.
- papirbredd: 130 mm
- teoretisk lineært trykk på de riflede rullene (oppnådd med

126462

- riflene): 50 kg/cm.
- lineært trykk i pressen (tilført dekklaget over det riflende lag): 35 kg/cm
 - anordning for påføring av lim med en limbeholder, en sylinder for påføring av lim og en sylinder som regulerer tykkelsen av limlaget til mellom 0,20 og 0,25 mm,
 - riflene har avstand 8,6 mm, en høyde 4,5 mm. Det er 116 rifler pr. m i den ferdige papp,

Det papir som benyttes for dannelsen av rifler er et papir med stort innhold av halv-kjemisk masse og med flatevekt 112 g/m^2 . Papiret for dekklaget er et kraftpapir med flatevekt 150 g/m^2 .

Den klebemiddelblanding som benyttes i dette forsøk er en vandig dispersjon som inneholder 30 deler av en homopolymer av vinyl-acetat, i form av partikler med midlere størrelse mellom 1 og $2 \mu\text{m}$, og myknet med dibutylftalat (25 vektprosent i forhold til vekten av polymeren), 70 deler kalsiumkarbonat i form av partikler med oolitisk form, og midlere størrelse mellom 1 og $40 \mu\text{m}$ (50% av partiklene har en diameter mellom 1 og $3 \mu\text{m}$), 0,7 deler natriumheksametafosfat, vannmengden som benyttes i dispersjonen er slik at tørrstoffinnholdet utgjør 58%.

Viskositeten ifølge Stein Hall for dispersjonen er 52 s ved 25°C .

Det riflede lag av papiret fuktes til omtrent 8% ved hjelp av vanddamp (trykk 2,5 bar).

De riflede sylindrene oppvarmes til omtrent 180°C .

Klebemiddeldispersjonen påføres det riflede lag ved en temperatur av 30°C , idet papiret som kommer fra de riflede sylindre befinner seg ved en temperatur på omtrent 80°C .

Klebeevnen og festeevnen inntreffer henhv. etter 0,1 og 2 sek.

Nedenfor angis resultatene av forskjellige forsøk som ble utført på den fremstilte papp (temperaturer 20°C , relativ fuktighet 60%).

136462

Vektdeler papp (g/m^2) (1)	347,9
Vektdeler lim (g/m^2)	21,6
Motstand mot sammentrykking av platen (2)	1,44 bar
Motstand mot avriving av det riflede lag i tørr tilstand,	
- pr. cm^2 papp	0,87 kg/cm^2
- pr. cm av limlinjen (3)	0,61 kg/cm
Motstand mot sammentrykking av kanten (4)	2,3 daN/cm
(1) norm NF Q 03,031	
(2) norm NF Q 03,033	
(3) test kjent under navnet "PIN ADHESION TEST"	
(4) norm NF Q 03,041	

EKSEMPEL 2

Det fremstilles 3 dispersjoner:

- A:
- 30 deler av homopolymeren fra eksempel 1
 - 0,7 deler natriumheksametafosfat
 - 70 deler kalsiumkarbonat (rhombedrisk struktur med partikkeldiameter mellom 1,7 og 8 μm - 50 vektprosent har en diameter av omtrent 2,5 μm).
 - vann slik at tørrstoffinnholdet utgjør 63,2%
- B:
- 30 deler av homopolymeren fra eksempel 1
 - 70 deler kalsiumkarbonat fra dispersjon A
 - 0,7 deler natriumheksametafosfat
 - 0,7 deler polyvinylalkohol (viskositet ved 20°C av en vandig 4%-løsning: 4 centipoise, midlere estertall: 20).
 - vann slik at tørrstoffinnholdet utgjør 61,2%.
- C:
- 30 deler av en kopolymer av styren/butadien med 60 vektprosent styren, i form av partikler med midlere diameter mellom 0,1 og 2 μm
 - 0,7 deler natriumheksametafosfat
 - 70 deler kalsiumkarbonat fra blanding A
 - vann slik at tørrstoffinnholdet utgjør 75%

Det benyttet samme apparatur som i eksempel 1

Arbeidsbetingelsene var følgende:

- teoretisk lineært trykk på riflene og i pressen:
45 kg/cm
- fremstillingshastighet: 100 eller 150 m/min.

De ovennevnte dispersjoner ble benyttet ved ca. 26°C.

Den fremstilte papp hadde følgende egenskaper:

	Blanding A 100 m/min.	Blanding B 100 m/min.	Blanding C	
			100 m/min.	150 m/min.
Mengde lim g/m ²	30	19,1	16,4	20
Tørr styrke for lim sammenføyningen pr. cm ² papp (kg/cm ²)	1,53	1,07	0,77	0,86

EKSEMPEL 3

Undersøkelsen med hensyn til vannfastheten som utføres i dette eksempel har til formål å måle bestandigheten av en lim-sammenføyning (et riflet lag av papir og et dekklag av papir) som senkes ned i vann og belastes med en vekt på det riflede lag av papir vinkelrett på limfilmen. (Denne tekst har norm NFO 03 042).

Testbetingelsene er følgende:

- det riflede lag av papir er et papir med høyt innhold av halv-kjemisk masse, med flatevekt lik 125 g/m².
- dekklagspapiret er kraftpapir med flatevekt 150 g/cm².

Disse papirer anbringes i 48 timer i et rom med følgende betingelser: 23°C ± 1°C, relativ fuktighet 50% ± 2% for sammenlimingen.

136462

På et format av et riflet lag av papir (100 x 40 mm) påføres i forhold til bredden og vinkelrett i forhold til fibre i papiret en limfilm med tykkelse 0,05 mm og bredde 20 mm.

Etter 0,5 sek. pålegges dekklagspapiret (5 x 80 mm) med et trykk 50 g/cm^2 . Den grove flaten av dekklagspapiret kommer i kontakt med limsammenføyningen, fibre i dekklagspapiret er parallelle med fibre i det riflede papir. Trykket (50 g/cm^2) holdes i 30 sek. Overflaten av den dannede limsammenføyning er 1 cm^2 .

Prøvene som består av sammenlimte lag av riflet papir og dekklagspapir holdes sammen i 48 timer i et rom med følgende betingelser: $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, relativ fuktighet $50\% \pm 2\%$.

Prøvestykkene henges deretter fra dekklagspapiret loddrett ned i en sylindrisk beholder som er fylt med destillert vann ved $20^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$, deretter festes på undersiden av det riflede papir en vekt på 200 g, idet avstanden som skiller denne vekt fra den nedre del av limplanet utgjør 30 mm. Limplanet er totalt neddykket i vann.

Prøvestykkene kontrolleres visuelt hver time.

Våtstyrken i limsammenføyningen uttrykkes som varigheten i timer, dvs. den tid som går fra begynnelsen av undersøkelsen til, det øyeblikk hvor man konstaterer brudd i limplanet.

I et blandeapparat innføres:

- 60 g av en dispersjon av myknet polyvinylacetat
- 0,8 g av heksametoksymetylmelamin
- 0,08 g maursyre

Polyvinylacetaten er en homopolymer i form av partikler med størrelse mellom 1 og $2 \mu\text{m}$. Dispersjonen inneholder 30 g vann, 24 g polymer og 6 g dibutylftalat.

Blandingen omrøres i 1 time og deretter tilsettes vann i en mengde slik at tørrstoffinnholdet i blandingen etter tilsetning

av 0,7 g natriumheksamatafosfat og 70 g kalsiumkarbonat i form av oolitiske partikler utgjør 58% med midlere størrelse mellom 1 og 40 μm , (50% av partiklene har en diameter mellom 1 og 3 μm).

Med denne blanding utføres 10 sammenliminger under de ovennevnte betingelser.

Man finner at for tre sammenliminger var våtstyrken i sammenføyningen henhv. 12 timer, en dag og 1½ dag, mens for de syv andre limsammenføyningene var våtstyrkene mer enn 5 dager.

PATENTKRAV

1. Vandig klebemiddeldispersjon, spesielt egnet for fremstilling av bølgepapp, med et tørrstoffinnhold av syntetiske polymerer eller kopolymerer med partikkelstørrelse mellom 0,05 og 10 μm , et uorganisk fyllstoff og eventuelt et herdbart prekondensat av formaldehyd og fenol eller en amino-plast-danner og eventuelt en katalysator for herding av prekondensatet, samt eventuelt et dispergeringsmiddel og/eller et mykningsmiddel, k a r a k t e r i s e r t v e d at tørrstoffet omfatter:

- a) 10 til 90 vektdeeler av en eller flere homopolymerer av vinylacetat eller styren, kopolymerer av vinylacetat med minst en monomer som har minst en etylenumettet binding, eller kopolymerer av styren med minst en monomer som har to etylenumettede bindinger, og
- b) 90 til 10 vektdeeler kalsiumkarbonat med partikkelstørrelse mellom 0,1 og 120 μm ,

idet det totale tørrstoffinnhold i dispersjonen utgjør 50 - 85 vektprosent av dispersjonen, og prekondensatet, når det er tilstede, utgjør 0,1 - 15 vektprosent i forhold til total vekt av tørrstoff, og omfatter et omsetningsprodukt av en fenol, urinstoff, N,N'-etylen-urinstoff, dicyandiamid eller aminotriazin.

136462

2. Klebemiddeldispersjon som angitt i krav 1, karakterisert ved at den inneholder 0,5 til 10 vektdeler dispergeringsmiddel, regnet på vekten av det partikkelformede kalsiumkarbonat.

3. Klebemiddeldispersjon som angitt i krav 1, karakterisert ved at polymeren er tilsatt 5 til 50 vektprosent mykningsmiddel, regnet på vekten av den partikkelformede polymer eller kopolymer.

4. Klebemiddeldispersjon som angitt i krav 1, karakterisert ved at den inneholder et prekondensat dannet ved omsetning av formaldehyd med melamin og etterfølgende foretring med metanol.