



(12) PATENT

(19) NO

(11) 328752

(13) B1

NORGE

(51) Int Cl.

D21H 21/16 (2006.01)

D21H 17/16 (2006.01)

D21H 17/17 (2006.01)

D21H 17/24 (2006.01)

D21H 17/42 (2006.01)

D21H 17/68 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	19993741	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	1998.02.03 PCT/SE98/00192
(22)	Inng.dag	1999.08.02	(85)	Videreføringsdag	1999.08.02
(24)	Løpedag	1998.02.03	(30)	Prioritet	1997.02.05, EP, 97850016 1997.02.05, EP, 97850017 1997.12.30, SE, 9704931
(41)	Alm.tilgj	1999.09.27			
(45)	Meddelt	2010.05.03			
(73)	Innehaver	Akzo Nobel NV, Postbus 9300, NL-6800SB ARNHEM, Nederland			
(72)	Oppfinner	Erik Lindgren, Åsbacken 28, SE-44534 BOHUS, Sverige Rein Sikkar, Floda, SE-, Sverige Sten Fröllich, Gåsmossen 5, SE-43639 ASKIM, Sverige			
(74)	Fullmektig	Oslo Patentkontor AS, Postboks 7007 Majorstua, 0306 OSLO, Norge			
(54)	Benevnelse	Vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt limstoff og fremgangsmåte for fremstilling og anvendelse derav			
(56)	Anførte publikasjoner	EP 0275851 A1, EP 0208667 A1, WO 96/17127, EP 0220941 A1			
(57)	Sammendrag				

Oppfinnelsen gjelder en vandig dispersjon som inneholder et cellulose-reaktivt limstoff og et dispergerende system som omfatter en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10,000 og en anionisk stabilisator, dens tilberedning og anvendelse ved produksjonen av papir. Oppfinnelsen gjelder videre en i alt vesentlig vannfri blanding som inneholder et cellulose-reaktivt limstoff, en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10,000, en anionisk stabilisator, og dennes tilberedning og bruk til fremstilling av en vandig dispersjon av cellulose-reaktivt limstoff. Egnede anioniske stabilisatorer til bruk i denne oppfinnelsen omfatter anioniske forbindelser som virker som stabilisatorer og/eller er effektive i kombinasjon med den kationiske forbindelsen når det gjelder å stabilisere limstoffet i en vandig fase så vel som anioniske forbindelser kjent som nyttige som dispergeringsmidler ved tilberedning av limdispersjoner. Fortrinnsvis er den anioniske forbindelsen vannlaselig eller dispergerbar i vann. Den anioniske stabilisatoren kan velges blant organiske og uorganiske forbindelser, og den kan avledes fra naturlige og syntetiske utgangsprodukter.

Foreliggende oppfinnelse gjelder liming av papir, og mer spesifikt en vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt limstoff, en fremgangsmåte for fremstilling og anvendelse derav, samt en fremgangsmåte for produksjon av papir ved tilsetning av en vandig dispersjon av et limstoff, en hovedsakelig vannfri blanding inneholdende limstoffet og anvendelse av blandingen. Det vises til kravene 1-21.

Bakgrunn

Cellulose-reaktive limstoffer som de som er basert på alkylketendimerer (AKD) og alkenylravsyreanhydrid (ASA) er omfattende brukt ved papirfremstilling ved nøytrale eller lett alkaliske pH-verdier i massen for å gi papir og kartong en viss motstandskraft mot oppfukning og penetrasjon av vandige væsker. Papirlim basert på cellulose-reaktive limstoffer frembringes generelt i form av dispersjonenr som inneholder en vandig fase og fint fordelte partikler eller dråper av limstoffet dispergert i denne. Dispersjonene fremstilles vanligvis med hjelp av et dispergeringssystem som består av en anionisk forbindelse, for eksempel lignosulfonat, kombinert med en amfotær eller kationisk forbindelse med høy molekylvekt, for eksempel kationisk stivelse, polyamin, polyamidamin eller en vinyladdisjonspolymer. Avhengig av den totale ladningen på forbindelsene i det dispergerende systemet kan limdispersjonene være kationiske eller anioniske i karakter. Dispersjoner av disse typene oppviser imidlertid temmelig dårlig stabilitet og høy viskositet, selv ved relativt lave innhold av faste stoffer, noe som åpenbart gir vanskeligheter ved håndteringen av dispersjonene, for eksempel under lagring og ved bruk. En videre ulempe er at produktene må leveres som dispersjoner med lav konsentrasjon noe som ytterligere øker transportkostnadene for det aktive limstoffet.

Cellulose-reaktive limstoffer gir generelt god liming ved lave doseringer av limstoffet. Imidlertid er det erfaringen at effektiviteten til konvensjonelle cellulose-reaktive limstoffer synker når de brukes med masser som har et stort kationbehov og inneholder vesentlige mengder lipofile ekstraktivstoffer fra treet, slik som for eksempel, harpikssyrer, fettsyrer, fettsyreestere, triglyserider etc. På grunn av den anioniske karakteren til lipofile substanser som inneholder karboksylater eller karboksylsyregrupper, har masser med vesentlige mengder lipofile ekstraktivstoffer vanligvis et stort kationbehov. Det har blitt funnet at de lipofile forbindelsene kan være skadelige for adsorpsjonen av limstoffene på fibre noe som kan være årsaken til de dårlige limingsresultatene. For å forbedre limingen med slike masser har papirmakeren vært nødt til å øke doseringen av limstoffet, noe som selvfølgelig er mindre gunstig økonomisk og kan øke akkumuleringen av limstoff i bakvannet som resirkuleres i papirprosessen. Disse pro-

blemene er enda mer markert i papirfabrikker hvor bakvannet resirkuleres i utstrakt grad bare med tilførsel av små mengder friskt vann i prosessen, noe som derved øker kation-behovet og akkumuleringen av lipofile ekstraktivstoffer og ikke-tilbakeholdt limstoff i bakvannet og massen som skal avvannes.

- 5 EP 275851 vedrører en vandig limdispersjon inneholdende en dispergert fase i formen av en limstoffblanding bestående av et kolofoniummateriale og et syntetisk limstoff, og en polyaluminiumforbindelse.

EP 208667 vedrører en vandig limdispersjon inneholdende en dispergert fase i formen av en limstoffblanding bestående av kolofoniummateriale og et syntetisk limstoff.

- 10 WO 96/17127 vedrører en anionisk limdispersjon inneholdende et cellulose-reaktivt limstoff.

- EP 220941 beskriver en tørr sammensetning omfattende en ketendimer og et innkapslingsstoff som kan bli valgt fra gelatin, tristearin, gummi arabicum, sukker, etylcellulose, karboksymetylcellulose, polyakrylamider, silikater, polyetere, polyestere, 15 polyamider, stivelser og polyvinylklorid.

Oppfinnelsen

- I samsvar med foreliggende oppfinnelse er det funnet at forbedret stabilitet og limingskarakteristika kan oppnås med en vandig dispersjon av et limstoff, som er kjennetegnet ved at den inneholder et cellulose-reaktivt limstoff og et 20 dispergeringssystem bestående av en lav-molekylær, kationisk, organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10 000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk polyelektrolytt. Limdispersjonene i denne oppfinnelsen viser utmerket stabilitet og lav viskositet, og de er spesielt nyttige med masser for papirfremstilling som har et høyt kationbehov og/eller har høye nivåer av lipofile substanser. Videre angår oppfinnelsen 25 en fremgangsmåte for fremstilling av en vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt limstoff, som er kjennetegnet ved at det cellulose-reaktive limstoffet homogeniseres i nærvær av en vandig fase og et dispergerende system som omfatter en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10 000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk polyelektrolytt. Oppfinnelsen angår videre anvendelse av 30 den vandige dispersjon som et masselim eller et overflatelim ved produksjonen av papir.

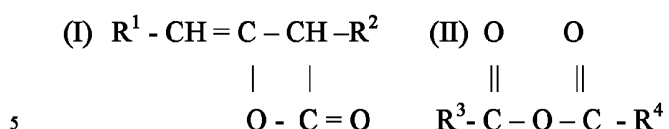
Det er også funnet at man kan oppnå forbedret liming ved å bruke slike dispersjoner i papirprosesser hvor bakvannet i utstrakt grad resirkuleres. Mer spesifikt gjelder foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for produksjon av papir ved tilsetning av en vandig dispersjon av et limstoff til en masse som inneholder cellulosefiber og valgfritt fyllstoff, avvanning av massen på en vire for å frembringe papir og bakvann, som er kjennetegnet ved at dispersjonen er en vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 12.

Oppfinnelsen angår videre en hovedsakelig vannfri blanding, som er kjennetegnet ved at den inneholder et cellulose-reaktivt limstoff, en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10,000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk polyelektrolytt. Videre angår oppfinnelsen anvendelse av denne blandingen til fremstilling av en vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt limstoff i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 12.

Foreliggende limdispersjoner gjør det mulig å fremstille papir med forbedret liming i forhold til konvensjonelle limdispersjoner ved en tilsvarende dosering av cellulose-reaktivt limstoff og ved å bruke en lavere dosering av cellulose-reaktivt limstoff for å oppnå et tilsvarende nivå på limingen. Muligheten for å bruke mindre mengder limstoff for å oppnå en spesifisert limingsgrad reduserer risikoen for ikke-adsorberte limstoffer i det bakvannet som resirkuleres i prosessen, og derved reduseres risikoen for aggregering og avsetning av limstoffet på papirmaskinen. Foreliggende oppfinnelse tilbyr således vesentlige tekniske og økonomiske fordeler.

Det cellulose-reaktive limstoffet i henhold til oppfinnelsen kan velges blant et hvert av de cellulose-reaktive limstoffene som er kjent i bransjen. Passende velges limstoffet fra gruppen som består av hydrofobe ketendimerer, ketenmultimerer, syreanhydrider, organiske isocyanater, karbamoylklorider og blandinger av disse, fortrinnsvis ketendimerer og syreanhydrider, mest foretrukket ketendimerer. Egnede ketendimerer har den generelle formelen (I) under hvor R^1 og R^2 er mettede eller umettede hydrokarbongrupper, vanligvis mettede hydrokarboner, og hydrokarbongruppene passende har fra 8 til 36 karbonatomer, og vanligvis er rette eller forgrenede grupper av alkylkjeder med fra 12 til 20 karbonatomer, slike som heksadecyl- og oktadecyl-grupper. Egnede syreanhydrider kan karakteriseres av den generelle formelen (II) under, hvor R^3 og R^4 kan være identiske eller forskjellige og representere mettede eller umettede hydrokarbongrupper, passende med fra 8 til 30 karbonatomer, eller R^3 og R^4 sammen med $-C-O-C-$ gruppen kan danne en 5 til 6-ring, og valgfritt bli ytterligere substituert med hydrokarbongrupper med opp til 30 karbonatomer. Eksempler på syreanhydrider

som brukes kommersielt omfatter alkyl- og alkenylravsyreanhydrid og spesielt iso-oktadecenylravsyreanhydrid.



Egnede ketendimerer, syreanhydrider og organiske isocyanater omfatter forbindelsene beskrevet i US 4,522,686. Eksempler på egnede karbamoylklorider omfatter de som er beskrevet i US 3,887,427.

I tillegg til det cellulose-reaktive limstoffet kan limdispersjonen inneholde et ikke-cellulosereaktivt limstoff. Eksempler på egnede limstoffer av denne typen innbefatter kolofonium, for eksempel forsterket eller forestret kolofonium, vokstyper, fettsyrer og derivater av harpikssyrer, for eksempel fettsyreamider og fettsyreestere, for eksempel glyseroltriestere av naturlige fettsyrer.

Dispersjonene i henhold til denne oppfinnelsen inneholder et dispergeringsmiddel eller et dispergerende system bestående av en kationisk organisk forbindelse og en anionisk stabilisator. Forbindelsene er fortrinnsvis bundet sammen av elektrostatiske tiltrekningskrefter, og representerer derved et koaservat dispergeringsmiddel. Når de brukes i kombinasjon er disse forbindelsene effektive som et dispergeringsmiddel for limstoffet skjønt den kationiske forbindelsen og/eller den anioniske forbindelsen ikke behøver å være effektive som et dispergeringsmiddel når de brukes hver for seg. Spesielt foretrukne dispergeringsmidler i henhold til denne oppfinnelsen omfatter de som inneholder et kationisk overflateaktivt stoff og en anionisk stabilisator, som definert heretter. I en foretrukket utførelse av oppfinnelsen er dispersjonen anionisk, dvs. at dispergeringssystemet har en total anionisk ladning.

Den kationiske forbindelsen inneholder en eller flere kationiske grupper av samme eller forskjellige typer og omfatter kationiske forbindelser med en kationisk gruppe og kationiske forbindelser med to eller flere kationgrupper, dvs. kationiske elektrolytter. Eksempler på egnede kationiske grupper innbefatter sulfoniumgrupper, fosfoniumgrupper, sure addisjonssalter av primære, sekundære og tertiære aminer eller aminogruupper og kvaternære ammoniumgrupper, for eksempel hvor nitrogenet har blitt kvaternisert med metylklorid, dimetylsulfat eller benzyklorid, fortrinnsvis sure addisjonssalter av aminer/amino-grupper og kvaternære ammoniumgrupper. Kationiske polyelektrolytter kan ha en substitusjonsgrad som varierer over et bredt område; graden

av kationisk substitusjon (DS_c) kan være fra 0,01 til 1,0, passende fra 0,1 til 0,8 og foretrukket fra 0,2 til 0,6.

Egnede kationiske forbindelser til bruk i denne oppfinnelsen omfatter kationiske forbindelser i stand til å funksjonere som et overflateaktivt stoff og/eller dispergeringsmiddel og/eller koplingsmiddel mellom partiklene eller dråpene av limstoffet og den anioniske stabilisatoren. Det foretrekkes at den kationiske forbindelsen er et overflateaktivt stoff. Foretrukne kationiske overflateaktive stoffer omfatter forbindelser med den generelle formelen $R_4N^+X^-$ hvor hver R-gruppe uavhengig velges fra (i) hydrogen; (ii) hydrokarbongrupper, passende alifatiske og foretrukket alkylgrupper, med fra 1 til ca 30 karbonatomer, fortrinnsvis fra 1 til 22 karbonatomer; og (iii) hydrokarbongrupper, passende alifatiske og foretrukket alkylgrupper med opp til 30 karbonatomer, foretrukket fra 4 til 22 karbonatomer, og som er avbrutt av ett eller flere heteroatomer, f.eks. oksygen eller nitrogen, og/eller grupper som inneholder et heteroatom, f.eks. karbonyl- eller acyloksy-grupper; hvor minst en, passende minst tre og foretrukket alle de nevnte R-gruppene inneholder karbonatomer; passende minst en og fortrinnsvis minst to av nevnte R-grupper inneholder minst 7 karbonatomer, foretrukket minst 9 karbonatomer og helst minst 12 karbonatomer; og hvor X^- er et anion, typisk et halid som klorid, eller en anionisk gruppe til stede i den anioniske forbindelsen i dispergeringsmidlet, f.eks. der hvor det overflateaktive stoffet er et protonert amin med formelen R_3N hvor R og N er definert ovenfor. Eksempler på egnede overflateaktive stoffer omfatter dioktyldimetylammoniumklorid, didecyldimetylammoniumklorid, dikokosdimetylammoniumklorid, kokosbenzyldimetylammoniumklorid, kokos(fraksjonert)benzyldimetylammoniumklorid, oktadecyltrimetylammoniumklorid, dioktadecyldimetylammoniumklorid, diheksadecyldimetylammoniumklorid, di(hydrert talg)dimetylammoniumklorid, di(hydrert talg) benzyldimetylammoniumklorid, (hydrert talg)benzyldimetylammoniumklorid, dioleyldimetylammoniumklorid og di(etylen heksadekan-karboksylat)dimetylammoniumklorid. Spesielt foretrukne kationiske overflateaktive stoffer omfatter således de som har minst en hydrokarbongruppe med fra 9 til 30 karbonatomer og spesielt kvaternære ammoniumforbindelser.

Ytterligere foretrukne kationiske overflateaktive stoffer omfatter kvaternære di- og polyammoniumforbindelser inneholdende minst en hydrokarbongruppe, passende alifatisk og fortrinnsvis alkyl, med fra 9 til 30 karbonatomer, fortrinnsvis fra 12 til 22 karbonatomer. Eksempler på passende overflateaktive stoffer av denne type omfatter N-oktadecyl-N-dimetyl-N'-trimetylpropylendiammoniumklorid.

Foretrukne kationiske polyelektrolytter omfatter videre kationiske organiske polymerer med lav molekylvekt, valgfritt nedbrutt, f.eks. de som er avledet fra polysakkarider som stivelser og guargummier, kationiske kondensasjonsprodukter som kationiske polyuretaner, polyamidaminer, f.eks. polyamidaminepiklorhydrin-kopolymerer, polyaminer f.eks. dimetylaminepiklorhydrin-kopolymerer, dimetylaminetylen-
 5 diaminepiklorhydrin-kopolymerer, ammoniakk-etylendikloridkopolymerer, vinyladdisjonspolymerer dannet fra monomerer med kationiske grupper, f.eks. homopolymerer og kopolymerer av diallyldimetylammoniumklorid, dialkylaminoalkylakrylater, metakrylater og akrylamider (f.eks. dimetylaminooetyl-
 10 akrylater og metakrylater) som vanligvis er til stede som sure addisjonssalter eller kvaternære ammoniumsalter, valgfritt kopolymerisert med ikke-ioniske monomerer innbefattet akrylamid, alkylakrylater, styren og akrylnitril og derivater av slike monomerer, vinylestere og lignende.

Molekylvekten av den kationiske organiske forbindelsen kan generelt være opp til ca 10
 15 000, vanligvis opp til ca 5000, passende opp til ca 3000 og fortrinnsvis opp til ca 800. Molekylvekten er vanligvis minst ca 200. Egnede kationiske overflateaktive stoffer kan ha en molekylvekt på opp til ca 3000 og foretrukne kationiske overflateaktive stoffer har en molekylvekt mellom ca 200 og ca 800.

Egnede anioniske stabilisatorer for bruk i denne oppfinnelsen omfatter anioniske
 20 forbindelser som virker som stabilisatorer og/eller er effektive sammen med den kationiske forbindelsen til å stabilisere limstoffet i en vandig fase så vel som anioniske forbindelser som er kjent som nyttige dispergeringsmidler ved fremstillingen av limdispersjoner. Fortrinnsvis er den anioniske forbindelsen vannløselig eller dispergerbar i vann. Den anioniske stabilisatoren kan velges fra organiske eller
 25 uorganiske forbindelser, og den kan avledes fra naturlige eller syntetiske råstoff. Den anioniske stabilisatoren i det dispergerende systemet inneholder en eller flere anioniske grupper av samme eller forskjellige typer og omfatter anioniske forbindelser med en anionisk gruppe og anioniske forbindelser med to eller flere anioniske grupper, her referert til som en anionisk polyelektrolytt. Begrepet anionisk polyelektrolytt er ment å
 30 omfatte også anioniske forbindelser som virker som en polyelektrolytt, f.eks. gjennom kjemisk, ikke-ionisk gjensidig påvirkning eller tiltrekning. I en foretrukket utførelse er den anioniske stabilisatoren en anionisk polyelektrolytt. Eksempler på egnede anioniske grupper, dvs. grupper som er anioniske eller blir anioniske i vann, omfatter fosfater, fosfonater, sulfat, sulfonat, sulfonsyre- og karboksylsyregrupper og salter av disse,
 35 vanligvis ammonium- eller alkalimetall (generelt natrium) salter. De anioniske gruppene kan være opprinnelige eller innført ved kjemisk modifisering på kjent måte. Den

anioniske stabilisatoren kan ha en anionisk substitusjonsgrad (DS_A) som varierer over et bredt område; DS_A kan være fra 0,01 til 1,4, passende fra 0,1 til 1,2 og foretrukket fra 0,1 til 1,0. Anioniske polyelektrolytter kan inneholde en eller flere kationiske grupper så lenge de har en total anionisk ladning.

- 5 I en foretrukket utførelse velges den anioniske stabilisatoren fra organiske forbindelser. Egnede anioniske stabilisatorer av denne typen omfatter polymere forbindelser som de som er basert på polysakkarider som stivelser, guargummier, celluloser, chitiner, chitosaner, glykaner, galaktaner, glukaner, xanthangummier, mannaner, dekstriner etc., fortrinnsvis fosfaterte, sulfonerte eller karboksylerte polysakkarider, så vel som
- 10 syntetiske organiske polymerer som kondensasjonsprodukter, f.eks. anioniske polyuretaner og polymere anioniske forbindelser basert på naftalen, f.eks. kondensert naftalensulfonat, og videre vinyladdisjonsprodukter dannet av monomerer med anioniske grupper, f.eks. akrylsyre, metakrylsyre, maleinsyre, itakonsyre, krotonsyre, vinylsulfonsyre, sulfonert styren og fosfater av hydroksyalkylakrylater og metakrylater,
- 15 valgfritt kopolymerisert med ikke-ioniske monomerer innbefattet akrylamid, alkylakrylater, styren og akrylnitril så vel som derivater av slike monomerer, vinylestere og lignende. Spesielt foretrukne organiske anioniske stabilisatorer omfatter anioniske polysakkarider, f.eks. cellulose-derivater som karboksymetylcellulose, kondenserte naftalensulfonater, anionisk akylamid-baserte polymerer og polymerer basert på
- 20 akrylsyre og tilsvarende sure monomerer.

- I en foretrukket utførelse av oppfinnelsen er den anioniske stabilisatoren hydrofob-modifisert og har en eller flere hydrofobe grupper som passende er hydrofobt modifisert polysakkarid, fortrinnsvis karboksymetylcellulose. Eksempler på egnede grupper omfatter hydrofobe substituenten med fra 4 til ca 30 karbonatomer, spesielt hydrofobe
- 25 amid-, ester- og eter-substituenten bestående av en mettet eller umettet hydrokarbonkjede med minst 4 og foretrukket fra 8 til 30 karbonatomer, som valgfritt er avbrutt av en eller flere heteroatomer, f.eks. oksygen eller nitrogen, og/eller grupper som inneholder heteroatomer, f.eks. karbonyl eller acyloksy. Egnede anioniske polysakkarider, anioniske hydrofobt modifiserte polysakkarider og metoder for å
- 30 innføre hydrofobe substituenten i polysakkarider er for eksempel beskrevet i US 4,687,519 og WO 94/24169.

I en annen foretrukket utførelse er den anioniske stabilisatoren valgt fra uorganiske anioniske material, fortrinnsvis anioniske uorganiske polyelektrolytter som for eksempel forbindelser som inneholder silisiumatomer, f.eks. forskjellige former for

kondensert eller polymer kiselsyre som har negative hydroksylgrupper, f.eks. oligomerkiselsyre, polykiselsyre, polysilikater og polyaluminiumsilikat.

Den anioniske stabilisatoren kan også velges fra mikropartikulært material hvor både organiske og uorganiske stoffer er innbefattet. Egnert partikulært material av denne typen omfatter høyt tverrbundne anioniske vinyladdisjonspolymerer, f.eks. akrylamid-baserte og akrylat-baserte polymerer, anioniske kondensasjonspolymerer, f.eks. melaminsulfonsyre soler, uorganiske silikabaserte materialer, f.eks. materialer av typen til stede i vandige silikabaserte soler som silikasoler, aluminiumholdige silikasoler, aluminiumsilikatsoler, polysilikat-mikrogeler og polyaluminiumsilikat-mikrogeler, så vel som silikageler og utfelt silisiumdioksid. Det mikropartikulære materialet er fortrinnsvis kolloidalt, dvs. i det kolloidale området med hensyn til partikkelstørrelse. De kolloidale partiklene har passende en partikkelstørrelse på fra ca 1 nm til ca 80 nm, foretrukket fra 2 til 35 nm og helst fra 2 til 10 nm.

Molekylvekten på den anioniske forbindelsen kan varieres over et bredt område fra noen få hundre eller tusener til flere millioner. Vanligvis er molekylvekten over 200 og passende over 500, mens den øvre grensen vanligvis er 10 millioner og foretrukket 2 millioner. I en foretrukket utførelse er molekylvekten opp til ca 50 000.

Mengden av kationiske eller anioniske forbindelser til stede i dispersjonen i henhold til oppfinnelsen kan varieres over et bredt område avhengig av, blant andre ting, type og ladningstetthet hos de kationiske og anioniske materialene, type limstoff, ønsket anionisitet/kationisitet og det faste stoffet i den endelige dispersjonen. Foreliggende dispersjon er passende anionisk og herved menes at den anioniske ladningen hos den anioniske stabilisatoren er større enn den kationiske ladningen hos den kationiske forbindelsen. I dispersjonen kan den kationiske forbindelsen være til stede i en mengde på opp til 100 vekt%, vanligvis fra 0,1 til 20 vekt%, passende fra 1 til 10 vekt% og foretrukket fra 2 til 7 vekt%, basert på limstoffet, og den anioniske stabilisatoren kan være til stede i en mengde på opptil 100 vekt%, vanligvis fra 0,1 til 20 vekt%, passende fra 0,2 til 10 vekt% og foretrukket fra 0,3 til 6 vekt% basert på limstoffet, og hvor den totale ladningen av den kationiske og den anioniske forbindelsen som er til stede i dispersjonene fortrinnsvis er anionisk eller negativ.

Det er funnet at de foreliggende dispersjonene kan fremstilles med høye innhold av fast stoff og likevel ha meget god stabilitet under lagring og lav viskositet. I henhold til dette, gir denne oppfinnelsen limdispersjoner med forbedret lagringsstabilitet, høyere innhold av fast stoff og/eller lavere viskositet. En annen fordel observert med

foreliggende dispersjoner er forbedret stabilitet etter fortynning noe som betyr mindre aggregater av partiklene og dråper av limstoffet, og derved dannes det mindre mengder av de større aggregatene som har dårligere limingseffektivitet så vel som mindre avsetning av det hydrofobe limstoffet på papirmaskinen og mindre forgiftning av viren, 5 noe som derved reduserer behovet for vedlikehold på papirmaskinen. Foreliggende dispersjoner kan generelt ha et innhold av limstoff på fra ca 0,1 til ca 50 vekt% og passende mer enn 20 vekt%. Dispersjonene som inneholder en ketendimer i henhold til oppfinnelsen, kan ha et innhold av ketendimeren innenfor området fra 5 til 50 vekt% og foretrukket fra ca 10 til ca 35 vekt%. Dispersjonene eller emulsjonene som inneholder et 10 syreanhydrid i henhold til oppfinnelsen, kan ha et innhold av syreanhydrid innenfor området fra 0,1 til ca 30 vekt% og vanligvis fra ca 1 til ca 20 vekt%.

Limdispersjonene i henhold til oppfinnelsen kan fremstilles ved å blande en vandig fase med den anioniske stabilisatoren, den kationiske forbindelsen og limstoffet, fortrinnsvis ved en temperatur hvor limstoffet er flytende og homogenisere den blandingen som 15 således er oppnådd, hensiktsmessig under trykk. Passende temperaturer for ketendimere limingsstoffer er fra ca 55 til ca 95°C mens lavere temperaturer kan benyttes med syreanhydrider. Den oppnådde emulsjonen som inneholder dråper av limstoff som normalt har en størrelse på fra 0,1 til 3,5 μm i diameter, kjøles deretter. I tillegg til de komponentene som er nevnt ovenfor, kan også andre materialer inkorporeres i 20 limdispersjonen, slik som for eksempel anioniske og ikke-ioniske dispergeringsmidler og stabilisatorer, ekstendere, f.eks. urea og ureaderivater, og preserverende midler. Det vil bli forstått at de negative og positive ladningene til komponentene i det dispergerende systemet kan dannes in situ, for eksempel ved å la forbindelsene være i kontakt med hverandre og/eller ved å blande forbindelsene med en vandig fase og/eller 25 ved å redusere pH i den vandige fasen. For eksempel vil tapet av et hydrogenatom fra en syregruppe gi en anionisk ladning, og et basisk amin, eller en aminogruppe kan gjøres kationisk aktivt ved protonering eller fjerning av et hydrogenatom. For eksempel kan en organisk forbindelse med basiske aminogrupeer eller et basisk amin med formelen R_3N brukes hvor den tilsvarende ammoniumgruppen $\text{R}_4\text{N}^+\text{X}^-$ dannes i fremstillingsprosessen 30 hvor R, N og X kan være som definert ovenfor.

Det er videre funnet at komponentene i foreliggende dispersjoner lett kan homogeniseres i nærvær av en vandig fase. Vanligvis kreves det mindre energi og lavere skjærkrefter i denne prosessen sammenlignet med prosesser for fremstilling av konvensjonelle dispersjoner og herved kan det brukes enklere utstyr. Derfor omfatter en 35 ytterligere metode for fremstilling av foreliggende dispersjoner (i) blanding av det cellulose-reaktive limstoffet med det dispergerende systemet som består av den

anioniske stabilisatoren og den kationiske forbindelsen, som definert ovenfor, til å gi en intermediær sammensetning, og (ii) homogenisere den intermediære sammensetningen i nærvær av en vandig fase som beskrevet ovenfor. Det foretrekkes at komponentene blandes homogent i trinn (i). Limstoffet benyttet i trinn (i) kan være et fast stoff, skjønt
 5 det foretrekkes at det er flytende for å forenkle homogen blanding. Hvis det er ønskelig, kan den intermediære blandingen fjernes etter blandetrinnet (i) og valgfritt kjøles til fast form, for å få en i alt vesentlig vannfri intermediær limblanding som gjør det mulig å transportere produktet på en måte som er økonomisk gunstig. Ved stedet for den tiltenkte bruken eller et annet sted, kan limblanding homogeniseres i nærvær av vann
 10 på konvensjonell måte. Metoden er spesielt attraktiv når man fremstiller dispersjoner av ketendimerer og syreanhydrider, hvor den sistnevnte vanligvis fremstilles i papirfabrikken i direkte sammenheng med dens anvendelse som limstoff ved produksjonen av papir. Frembringelsen av en lagringsstabil, vannfri limblanding gir således betydelige økonomiske og tekniske fordeler.

15 Komponentene som er til stede i blandingen i henhold til oppfinnelsen, dvs. det cellulose-reaktive limstoffet, den kationiske forbindelsen og den anioniske stabilisatoren er fortrinnsvis som definert ovenfor. Foreliggende sammensetning er i alt vesentlig vannfri, og hermed menes det at en liten vannmengde kan være til stede; vanninnholdet kan være fra 0 opp til 10 vekt%, passende mindre enn 5 vekt% og helst mindre enn 2 %.

20 Mest foretrukket inneholder sammensetningen ikke noe vann. Blanding inneholder foretrukket det cellulose-reaktive limstoffet i en dominerende mengde, basert på vekt, dvs. minst 50 vekt% og passende har blandingen et innhold av limstoff i området fra 80 til 99,8 vekt% og foretrukket fra 90 til 99,7 vekt%. Den kationiske forbindelsen, foretrukket et overflateaktivt stoff, og den anioniske stabilisatoren, kan være til stede i
 25 limblanding i mengder definert med hensyn til dispersjonene hvor proportsatsene er basert på vekten av limstoffet. I blandingen kan den anioniske stabilisatoren være til stede i en mengde opp til 100 vekt%, vanligvis fra 0,1 til 20 vekt%, passende fra 0,2 til 10 vekt% og foretrukket fra 0,3 til 6 vekt% , basert på limstoffet, og den kationiske forbindelsen, f.eks. et overflateaktivt stoff, kan være til stede i en mengde opp til 100
 30 vekt%, vanligvis fra 0,1 til 20 vekt%, passende fra 1 til 10 vekt%, og foretrukket fra 2 til 7 vekt%, basert på limstoffet, og hvor den totale ladningen av den anioniske forbindelsen og den anioniske stabilisatoren som er til stede i blandingen, fortrinnsvis er negativ eller anionisk.

Dispersjonene i henhold til oppfinnelsen kan brukes på konvensjonell måte ved
 35 produksjonen av papir ved bruk av enhver type cellulosefibre, og de kan brukes både til overflateliming eller til masseliming eller intern liming. Begrepet "papir" som det

brukes her, er ment å omfatte ikke bare papir, men alle typer av cellulosebaserte produkter i ark- eller baneform, inklusive for eksempel papp og kartong. Masen inneholder cellulosefibre, valgfritt sammen med mineraler som fyllstoff, og vanligvis er innholdet av cellulosefibre minst 50 vekt% basert på tørr masse. Eksempler på

5 mineralfyllstoff av konvensjonelle typer omfatter kaolin, kaolinleire (China clay), titandioksid, gips, talk, og naturlige og syntetiske kalsiumkarbonater som kritt, nedmalt marmor og utfelt kalsiumkarbonat. Foreliggende oppfinnelse gjelder også en fremgangsmåte for produksjon av papir i hvilken en vandig dispersjon, som definert ovenfor, brukes som overflate- eller masselim. Vanligvis er mengden av cellulose-

10 reaktivt limstoff som enten tilsettes til massen som inneholder cellulosefibre og valgfritt fyllstoff og som avvannes på en vire til å danne papir, eller tilsettes på papirets overflate, vanligvis i en limpresse, fra 0,01 til 1,0 vekt% basert på vekten av de tørre cellulosefibrene og valgfritt fyllstoffet, foretrukket fra 0,05 til 0,5 vekt% hvor doseringen hovedsakelig er avhengig av kvaliteten på massen eller papiret som skal

15 limes, det cellulose-reaktive stoffet som brukes og det nivået på limingen som ønskes.

Dispersjonene i denne oppfinnelsen, spesielt de anioniske dispersjonene, er spesielt velegnet ved masseliming av masser med et stort kationbehov og/eller som inneholder vesentlige mengder lipofile substanser, for eksempel masser fremstilt av treholdige og resirkulerte masser, for eksempel der hvor man har utstrakt resirkulering av bakvannet.

20 Eksempler på lipofile substanser som vanligvis finnes i papirmassen omfatter anioniske og ikke-ioniske lipofile substanser som for eksempel, harpikssyrer, fettsyrer, fettsyreestere, triglyserider etc. Mengden av lipofile substanser kan være minst 30 ppm og fortrinnsvis minst 50 ppm, målt som ppm DCM ved hjelp av ekstraksjon med DCM (diklormetan) på kjent måte. Kationbehovet kan være minst 50, passende minst 100 og

25 foretrukket minst 150 $\mu\text{ekv/liter}$ massefiltrat. Kationbehovet kan måles på konvensjonell måte for eksempel ved hjelp av en Mutek Partikkel Ladnings Detektor ved å bruke et massefiltrat oppnådd fra en råmasse filtrert gjennom et 1,6 μm filter og med poly(diallyldimetylammmoniumklorid) som titrator. Videre brukes foreliggende dispersjoner fortrinnsvis i papirprosesser hvor bakvannet resirkuleres i utstrakt grad,

30 dvs. med en høy grad av lukking av bakvannet, for eksempel, der hvor det brukes fra 0 til 30 tonn friskt vann pr. tonn papir som produseres, vanligvis mindre enn 20, passende mindre enn 15, foretrukket mindre enn 10 og spesielt mindre enn 5 tonn friskt vann pr. tonn papir. Resirkuleringen av bakvannet finner fortrinnsvis sted ved å blande bakvannet med cellulosefibre, foretrukket i form av en masse eller suspensjon, før eller

35 etter tilsetning av limdispersjonen, f.eks. for å danne massen som skal avvannes. Friskt vann kan tilføres i prosessen på et hvilket som helst trinn, eksempelvis kan det blandes med en masse som inneholder cellulosefibre så denne fortynnes og danner massen som

skal avvannes, før eller etter blandingen av massen med bakvannet og før eller etter tilsetningen av limdispersjonen.

Kjemikalier som konvensjonelt tilsettes til massen i papirprosessen som retensjonsmidler, aluminiumforbindelser, fargestoff, våtstyrkeharpikser, optiske
 5 blekemidler, etc. kan naturligvis brukes sammen med de foreliggende dispersjonene. Eksempler på aluminiumforbindelser omfatter alun, aluminater, og polyaluminiumforbindelser, f.eks. polyaluminiumklorider og -sulfater. Eksempler på egnede retensjonsmidler omfatter kationiske polymerer, uorganiske anioniske material sammen med organiske polymerer, f.eks. bentonitt sammen med kationiske polymerer, silikabaserte
 10 soler i kombinasjon med kationiske polymerer eller kationiske og anioniske polymerer. Spesielt god liming av massen kan oppnås ved å bruke dispersjonene i henhold til oppfinnelsen sammen med retensjonsmidler som omfatter kationiske polymerer. Egnede kationiske polymerer omfatter kationisk stivelse, guar gummi, akrylatbaserte og akrylamidbaserte polymerer, polyetylenimin, dicyandiamidformaldehydharpikser,
 15 polyaminer, polyamidoaminer og poly(diallyldimetylammoniumklorid) og kombinasjoner av disse. Kationisk stivelse og kationiske akrylamidbaserte polymerer brukes fortrinnsvis, enten alene eller sammen med hverandre eller med andre materialer. I en foretrukket utførelse av oppfinnelsen brukes dispersjonene sammen med et retensjonssystem som omfatter minst en kationisk polymer og anioniske silikabaserte
 20 partikler. Foreliggende dispersjoner kan tilsettes før, etter eller samtidig med tilsetningen av den kationiske polymeren eller polymerene. Det er også mulig å forblende limdispersjonen med et retensjonsmiddel, f.eks. en kationisk polymer som kationisk stivelse eller en kationisk akrylamidbasert polymer, eller et anionisk silikabasert material, før den således oppnådde blandingen tilføres til massen. I samsvar
 25 med dette kan dispersjonen tilberedes like før den tilføres til massen ved å bringe limdispersjonen i kontakt med den kationiske forbindelsen, fortrinnsvis et kationisk overflateaktivt stoff, og et anionisk silikabasert material, for eksempel som definert ovenfor.

Oppfinnelsen er videre illustrert i de følgende eksemplene. Deler og % gjelder
 30 henholdsvis vektdeler og vekt% hvis ikke noe annet er nevnt.

Eksempel 1

Anioniske alkylketendimer (AKD) dispersjoner i henhold til oppfinnelsen ble tilberedt ved å blande di(hydrert talg) dimetylammoniumklorid, som er et kationisk overflateaktivt stoff, kommersielt tilgjengelig under handelsnavnet Querton 442, Akzo

Nobel, med smeltet AKD ved 70°C, idet blandingen ble sendt gjennom en homogenisator i nærvær av en vandig løsning av en anionisk stabilisator og deretter en nedkjøling av den oppnådde dispersjonen. pH i dispersjonen ble justert til ca 5 ved tilsetning av syre. Den anioniske stabilisatoren brukt i dette eksemplet var en anionisk
 5 fettsyreamid-modifisert karboksymetylcellulose (FACMC) med en hydrofob substituent avledet fra N-hydrert talg-1,3-diaminopropan fremstilt i henhold til beskrivelsen i WO 94/24169. FACMC'en hadde en karboksylisk substitusjonsgrad på 0,6 og en hydrofob substitusjonsgrad på 0,1. Dispersjonene inneholdt AKD partikler med en midlere partikkelstørrelse på ca 1 µm som ble anionisk ladet, som vist ved et negativt zetapotensial
 10 bestemt med en ZetaMaster S Version PCS. AKD-innholdet i dispersjonene var 30 %. Dispersjon Nr.1 inneholdt 3 % kationisk overflateaktivt stoff og 1 % anionisk stabilisator, begge basert på vekten av AKD. Dispersjon Nr.2 inneholdt 7 % kationisk overflateaktivt stoff og 1 % anionisk stabilisator, begge basert på vekten av AKD.

Eksempel 2

15 Den generelle fremgangsmåten i Eksempel 1 ble gjentatt bortsett fra at en kondensert natriumnaftalensulfonat kommersielt tilgjengelig under handelsnavnet Orotan™ SN, Rohm & Haas Company, ble brukt som den anioniske stabilisatoren og forskjellige forhold av forbindelsene ble brukt i dispersjonen. Dispersjon Nr.3 oppnådd i dette eksemplet hadde et AKD-innhold på 30 % og inneholdt 6 % anionisk stabilisator og 4
 20 % kationisk overflateaktivt stoff, begge basert på vekten av AKD. Dispersjonen inneholdt AKD-partikler med en midlere partikkelstørrelse på ca 1 µm som var anionisk ladet, bestemt som ovenfor.

Eksempel 3

Stabiliteten av de anioniske dispersjonene i henhold til Eksempelene 1 og 2 ble testet på
 25 følgende måte: Dispersjonen ble fortynnet med vann til å gi en dispersjon som inneholdt 40 ppm AKD. I noen av prøvene ble det tilsatt 10 ppm stearinsyre for å øke innholdet av lipofile substanser og det kationiske behovet. Den fortynnede dispersjonen ble plassert i en beholder utstyrt med en anordning for måling av turbiditeten, en sløyfe, og midler for sirkulering, oppvarming og kjøling. Et innstilt volum av den fortynnede
 30 dispersjonen ble sirkulert i sløyfen mens man automatisk registrerte turbiditeten og utsatte dispersjonen for en oppvarmings- og kjølesyklus i en innstilt tidsperiode på 45 minutter. Temperaturen på dispersjonen ble hevet fra 20 til 62 °C og deretter senket igjen til 20°C. Turbiditeten er influert av partikkelstørrelsen og forskjellen i turbiditet før og etter en temperatursyklus er et mål på evnen av de dispergerede partiklene til å

motstå vekst ved agglomerering og således et mål på dispersjonens stabilitet. Forskjellen i turbiditet (ΔT) er beregnet som følger: $\Delta T = (\text{endelig turbiditet} / \text{initial turbiditet}) \times 100$. Jo høyere ΔT , jo bedre er stabiliteten.

- 5 To standarddispersjoner ble også testet for sammenligningens skyld; Ref.1 er en anionisk AKD-dispersjon med et dispergeringssystem som omfatter natriumlignosulfonat og kationisk stivelse og hvor lignosulfonatet er til stede i ionemessig overskudd; Ref.2 er en kationisk AKD-dispersjon som også inneholder lignosulfonat og kationisk stivelse, men hvor den kationiske stivelsen er til stede i et ionemessig overskudd. Tabell 1 gir de oppnådde resultatene.

10 Tabell 1

Dispersjon Nr.	Stearinsyre [ppm]	ΔT
1	-	53
1	10	40
2	-	79
2	10	66
3	-	72
3	10	55
Ref.1	-	45
Ref.1	10	32
Ref.2	-	35
Ref.2	10	6

Som det vises i Tabell 1 er ΔT -verdiene for dispersjonene i henhold til denne oppfinnelsen betydelig høyere enn de for standard dispersjonene noe som er i samsvar med en indikasjon på bedre stabilitet i fortynnet tilstand.

15 Eksempel 4

- Limingseffektiviteten av limdispersjonene i henhold til Eksempel 3 ble vurdert i dette eksemplet. Papirark ble fremstilt i henhold til standardmetoden SCAN-C23X i laboratorieskala. Den benyttede papirmassen inneholdt 80% av 60:40 blekt bjørk/furu-sulfat og 20 % kritt til hvilken det ble tilsatt 0,3 g/l med $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Massens konsistens var 0,5 % og pH 8,0. Limdispersjonene ble brukt sammen med et kommersielt retensjons- og avvanningssystem, CompozilTM, bestående av kationisk stivelse og en anionisk aluminium-modifisert silikasol som ble tilsatt til massen separat; den kationiske stivelsen ble tilsatt i en mengde på 8 kg/tonn, basert på tørr masse, og
- 20

silikasolen ble tilsatt i en mengde på 0,8 kg/tonn, beregnet som SiO₂ og basert på tørr masse.

Cobbverdiene målt i samsvar med TAPPI Standard T 441 OS-63 oppnådd i prøvene er fremlagt i Tabell 2. Doseringen av AKD er basert på tørr masse.

5 Tabell 2

Dispersjon Nr.	AKD dosering [kg/tonn]	Cobb 60 [g/m ²]
1	0,45	54
1	0,60	27
Ref. 1	0,45	80
Ref. 1	0,60	30
Ref. 2	0,45	68
Ref. 2	0,60	31

Tabell 2 demonstrerer forbedringen i papirliming oppnådd med limdispersjonen i henhold til oppfinnelsen.

Eksempel 5

10 Limeeffektiviteten ble vurdert i samsvar med fremgangsmåten i Eksempel 4 bortsett fra at massen inneholdt utfelt

kalsiumkarbonat som fyllstoff i stedet for kritt, og doseringen av kationisk stivelse var 12 kg/tonn, basert på tørr masse. I noen av prøvene ble 10 ppm stearinsyre tilsatt til massen for å heve kationbehovet og innholdet i massen av lipofiler substanser.

15 Resultatene er fremvist i Tabell 3.

Tabell 3

Dispersjon Nr.	AKD dosering [kg/tonn]	Stearinsyre [ppm]	Cobb 60 [g/m ²]
1	0,45	-	32
1	0,60	-	28
1	0,75	-	26
1	0,45	10	62
1	0,60	10	36
1	0,75	10	27
Ref. 1	0,45	-	50
Ref. 1	0,60	-	32
Ref. 1	0,75	-	30

Ref.1	0,45	10	103
Ref.1	0,60	10	76
Ref.1	0,75	10	35

Som det vil være åpenbart fra Tabell 3, ga Dispersjon Nr.1 i henhold til oppfinnelsen generelt meget bedre liming enn dispersjon Ref.1 som ble brukt til sammenligning, og betydelig forbedret liming ble oppnådd når massen inneholdt en vesentlig mengde lipofile substanser.

Eksempel 6

En vannfri limblanding i henhold til oppfinnelsen ble fremstilt ved å blande tørt 93 deler AKD pellets med 3 deler kationisk overflateaktivt stoff i henhold til Eksempel 1 og 4 deler anionisk stabilisator i henhold til Eksempel 2. Denne tørre blandingen ble senere tilsatt til varmt vann, og den vandige blandingen frembrakt slik ble varmet opp til 80°C, pumpet gjennom en pumpe med høye skjærkrefter og deretter nedkjølt til romtemperatur. Den resulterende anioniske dispersjonen, Dispersjon Nr.4, hadde et AKD-innhold på 20 % og en midlere partikkelstørrelse på ca 1 µm. Limingseffektiviteten ble vurdert som i Eksempel 4, bortsett fra at tilsetningen av kationisk stivelse utgjorde 12 kg/tonn, basert på tørr masse. Resultatene er gitt i Tabell 4.

Tabell 4

Dispersjon Nr.	AKD dosering [kg/tonn]	Cobb 60 [g/m ²]
4	0,30	58
4	0,40	30
Ref.1	0,30	84
Ref.1	0,40	65
Ref.2	0,30	66
Ref.2	0,40	40

Tabell 4 demonstrerer forbedringen i papirliming oppnådd med dispersjonen i henhold til oppfinnelsen.

Eksempel 7

En AKD dispersjon i henhold til oppfinnelsen med et dispergerende system bestående av et kationisk overflateaktivt stoff og en anionisk stabilisator i form av et uorganisk mikropartikulært material ble vurdert i denne prøveserien.

- 5 Dispersjonen ble fremstilt ved å forblende ved 75 °C 0,2 g kokosamin, kommersielt tilgjengelig under handelsnavnet Armeen CTM som er en blanding av aminer med formelen RNH₂ hvor R er C₁₂-C₁₈ hydrokarboner, og 1,0 g, beregnet som SiO₂ av en vandig sol av aluminiummodifisert silika av typen beskrevet i US 5,368,833, og deretter tilsette 25 g AKD og syre for å justere pH til 4,0. Den vandige blandingen ble
- 10 homogenisert med en Ultra Turrax og deretter nedkjølt. Dispersjonen fremstilt, Dispersjon Nr.5, hadde et innhold av AKD på 25 vekt% og inneholdt et dispergeringssystem som var anionisk i natur.

- Limeeffektiviteten med dispersjonen ble vurdert i henhold til fremgangsmåten i Eksempel 4 ved å bruke en lignende masse ved pH 8,1 og ved å bruke den
- 15 standardiserte AKD- dispersjonen Ref.2 som sammenligning. Resultatene er fremlagt i Tabell 5 hvor doseringen av AKD er basert på tørr masse.

Tabell 5

Dispersjon Nr.	AKD dosering [kg/tonn]	Cobb 60 [g/m ²]
5	0,3	58
5	0,5	30
5	0,6	28
Ref.2	0,3	73
Ref.2	0,5	33
Ref.2	0,6	30

Eksempel 8

- 20 En AKD-dispersjon i henhold til oppfinnelsen ble fremstilt og vurdert på tilsvarende måte som i Eksempel 7 bortsett fra at den anioniske stabilisatoren brukt i dette eksemplet var en melaminsulfonsyresol, fremstilt i samsvar med læren i WO 96/34027. Dispersjon Nr.6 ble fremstilt av 0,4 g kokosamin, 2 g melaminsulfonsyre, 30 g AKD og

vann opp til 100 g. Resultatene av limingsprøvene er vist i Tabell 6 hvor doseringen av AKD er basert på tørr masse.

Tabell 6

Dispersjon Nr.	AKD dosering [kg/ tonn]	Cobb 60 [g/m ²]
6	0,4	39
6	0,5	28
6	0,6	22
Ref.2	0,4	50
Ref.2	0,5	35
Ref.2	0,6	25

5 Eksempel 9

Lettheten ved fremstilling av dispersjonene i henhold til oppfinnelsen ble vurdert ved å fremstille anioniske dispersjoner med forskjellige AKD innhold. Dispersjoner i henhold til oppfinnelsen ble fremstilt ved å homogenisere en blanding av 0,8 vekt% di(hydrert talg)dimetylammonium klorid, 1,6 vekt% kondensert natriumnaftalensulfonat, 77,6 vekt% vann og 20 vekt% AKD i en bestemt tid ved å bruke en Ultra Turrax blander ved 15000 rpm og deretter kjøle den slik fremstilte dispersjonen i 2 timer. Lignende dispersjoner ble fremstilt på samme måte med forskjellige innhold av AKD for å frembringe dispersjoner med AKD innhold på 10, 20, 30 og 40 vekt%. Dispersjonene er betegnet med Inv. fulgt av AKD-innholdet i vekt%.

Standard AKD-dispersjoner ble fremstilt som sammenligning på samme måte og under samme betingelser ved å homogenisere en blanding av 1,0 vekt% kationisk stivelse, 0,25 vekt% lignosulfonat, 89 vekt% vann og 10 vekt% AKD. Lignende dispersjoner ble fremstilt med forskjellige AKD-innhold for å få standard dispersjoner med AKD-innhold på 10, 20, 30 og 40 vekt%. Dispersjonene er betegnet som Ref.3 fulgt av AKD-innholdet i vekt%.

Partikkelstørrelse og viskositet ble anslått på konvensjonell måte. Tabell 7 viser de resultatene som ble oppnådd.

Tabell 7

AKD dispersjon Nr.	Partikkel størrelse (μm)	Viskositet (cps)
Inv.- 10 %	2,98	10
Inv.- 20 %	3,12	20
Inv.- 30 %	3,50	20
Inv.- 40 %	3,50	25
Ref.3- 10%	4,31	15
Ref.3- 20%	4,52	20
Ref.3- 30%	5,20	25
Ref.3- 40%	5,57	40

Tabell 3 demonstrerer at dispersjonene i henhold til oppfinnelsen var lettere å fremstille; en lavere viskositet ble oppnådd ved tilsvarende AKD-innhold og man fikk en mindre partikkelstørrelse ved å bruke samme energimengde for å frigjøre overflatene. Sammenlignet med standard- dispersjonene kreves det således mindre energi og lavere skjærkrefter i henhold til oppfinnelsen for å fremstille dispersjoner med samme partikkelstørrelse. I tillegg vil en økning i rørehastighet til 25000 rpm betydelig redusere partikkelstørrelsen av dispersjonene i henhold til oppfinnelsen til å være i området fra 1 til 2 μm .

P A T E N T K R A V

1. Vandig dispersjon av et limstoff,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den inneholder et cellulose-reaktivt limstoff og et
dispergeringssystem bestående av en lav-molekylær, kationisk, organisk forbindelse
5 med en molekylvekt mindre enn 10 000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk
polyelektrolytt.
2. Vandig dispersjon i henhold til krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den kationiske organiske forbindelsen er til stede i en
mengde på fra 0,1 til 20 vekt% basert på limstoffet, og den anioniske stabilisatoren er til
10 stede i en mengde på fra 0,1 til 20 vekt%, basert på limstoffet.
3. Vandig dispersjon i henhold til krav 1 og 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den kationiske organiske forbindelsen er et kationisk
overflateaktivt stoff.
4. Vandig dispersjon i henhold til krav 3,
15 k a r a k t e r i s e r t v e d at det kationiske overflateaktive stoffet har en molekylvekt
på fra 200 til 800.
5. Vandig dispersjon i henhold til krav 3 og 4,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det kationiske overflateaktive stoffet velges blant primære,
sekundære, tertiære og kvaternære ammoniumforbindelser som inneholder minst en
20 hydrokarbongruppe med fra 9 til 30 karbonatomer.
6. Vandig dispersjon i henhold til krav 3, 4 eller 5,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det kationiske overflateaktive stoffet velges blant
dioktyldimetylammoniumklorid, didecyldimetylammoniumklorid, dikokosdimetylam-
moniumklorid, kokosbenzyldimetylammoniumklorid, kokos(fraksjonert)benzyldimetyl-
25 ammoniumklorid, oktadecyltrimetylammoniumklorid, dioktadecyldimetylammonium-
klorid, diheksadecyldimetylammoniumklorid, di(hydrert talg)dimetyl ammoniumklorid,
di(hydrert talg)benzyldimetylammoniumklorid, (hydrert talg)benzyldimetylammonium-
klorid, dioleyldimetylammoniumklorid, di(etylen heksadekankarboksylat)dimetyl-
ammoniumklorid og N-oktadecyl-N-dimetyl-N'trimetyl-propylendiammoniumdiklorid.

7. Vandig dispersjon i henhold til krav 1 eller 2,
karakterisert ved at den kationiske organiske forbindelsen er en kationisk polyelektrolytt.
8. Vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst foregående krav,
5 karakterisert ved at den anioniske stabilisatoren er en organisk forbindelse.
9. Vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 7,
karakterisert ved at den anioniske stabilisatoren er et uorganisk silika-basert material.
10. Vandig dispersjon i henhold til kravene 1, 2 eller 8,
10 karakterisert ved at den anioniske stabilisatoren velges blant anioniske polyuretaner, kondenserte naftalensulfonater, polymere anioniske forbindelser basert på polysakkarider, vinyladdisjonspolymerer dannet av monomerer med anioniske grupper, og valgfritt kopolymerisert med ikke-ioniske monomerer, og anioniske organiske mikropartikulære stoffer.
11. Vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst foregående krav,
15 karakterisert ved at dispersjonen er anionisk.
12. Vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst foregående krav,
karakterisert ved at limstoffet er en ketendimer eller et syreanhydrid.
13. Fremgangsmåte for fremstilling av en vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt
20 limstoff,
karakterisert ved at det cellulose-reaktive limstoffet homogeniseres i nærvær av en vandig fase og et dispergerende system som omfatter en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10 000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk polyelektrolytt.
14. Fremgangsmåte i henhold til krav 13,
25 karakterisert ved at den kationiske organiske forbindelsen er avledet fra en uladet organisk polymer med basiske aminogrupper eller fra et basisk amin, hvor den korresponderende kationiske ammoniumgruppen dannes i fremgangsmåten.
15. Fremgangsmåte i henhold til krav 13,
30 karakterisert ved at den omfatter frembringelsen av en i alt vesentlig vannfri

blanding som inneholder det cellulose-reaktive limstoffet, den kationiske organiske forbindelsen og den anioniske stabilisatoren idet blandingen homogeniseres i nærvær av en vandig fase.

5 16. Anvendelse av en vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 12 som et masselim eller et overflatelim ved produksjonen av papir.

17. Fremgangsmåte for produksjon av papir ved tilsetning av en vandig dispersjon av et limstoff til en masse som inneholder cellulosefiber og valgfritt fyllstoff, avvanning av massen på en vire for å frembringe papir og bakvann,
10 k a r a k t e r i s e r t v e d at dispersjonen er en vandig dispersjon i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 12.

18. Fremgangsmåte i henhold til krav 17,
k a r a k t e r i s e r t v e d at bakvannet resirkuleres i prosessen, og at friskt vann valgfritt tilføres, for å frembringe en masse med cellulosefiber som skal avvannes, og hvor mengden friskt vann som tilføres er mindre enn 30 tonn pr. tonn papir produsert.

15 19. Hovedsakelig vannfri blanding,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den inneholder et cellulose-reaktivt limstoff, en lav-molekylær kationisk organisk forbindelse med en molekylvekt mindre enn 10,000 og en anionisk stabilisator som er en anionisk polyelektrolytt.

20. Blanding i henhold til krav 19,
20 k a r a k t e r i s e r t v e d at den kationiske forbindelsen er til stede i en mengde på fra 0,1 til 20 vekt%, og den anioniske stabilisatoren er til stede i en mengde på fra 0,1 til 20 vekt%, begge basert på det cellulose-reaktive limstoffet, hvor den totale ladningen av den kationiske forbindelsen og den anioniske stabilisatoren er negativ.

21. Anvendelse av blandingen i henhold til krav 19 eller 20 til fremstilling av en
25 vandig dispersjon av et cellulose-reaktivt limstoff i henhold til et hvilket som helst av kravene 1 til 12.