

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 153330 B

(21) Patentansøgning nr.: 4026/81

(51) Int.Cl.⁴ C 09 J 3/06

(22) Indleveringsdag: 10 sep 1981

(41) Alm. tilgængelig: 18 mar 1982

(44) Fremlagt: 04 jul 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 17 sep 1980 NL 8005184

(71) Ansøger: *CPC INTERNATIONAL INC.; International Plaza; Englewood Cliffs; N.J. 07632, US

(72) Opfinder: Rinke Jean *Visser; NL

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Lehmann & Ree

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af stivelseslim

(56) Fremdragne publikationer

DE off. g. skrift nr. 2758635
DE pat. nr. 964760
US pat. nr. 2102937

(57) Sammendrag:

4026-81

En stivelseslim med et højt stivelsesindhold fremstilles ud fra stivelse, navnlig naturlig stivelse, ifølge Stein-Hall-metoden ved gelatinering af en del af stivelsen. Den gelatinerede stivelse senderdeles ved tilsætning in situ af et vandopløseligt oxidationsmiddel ved 10-100°C og atmosfærisk tryk under opnåelse af en stivelseslim med et højt tørstofindhold af stivelse på 20-45 vægtprocent.

Sønderdelingen af den gelatinerede stivelse finder fortrinsvis sted ved 50-95°C.

Oxidationsmidlet tilsættes fordelagtigt til blandingen under den første fase af gelatineringen af en del af stivelsen i det alkaliske medium.

Som oxidationsmiddel anvendes et egnet hypochlorit, et egnet perborat, et egnet persulfat, et egnet bromat eller hydrogenperoxid eventuelt sammen med en egnet katalysator. Imidlertid foretrækkes anvendelsen af perborater, navnlig natriumperborat, sammen med en kobbersulfatkatalysator.

DK 153330 B

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af en stivelseslim ved gelatinering af en del af stivelsen i vand og et alkalisk medium og dekomponering af den gelatinerede stivelse in situ ved tilsætning af et oxidationsmiddel ved atmosfæretryk efterfulgt af
5 tilsætning af resten af vandet, stivelsen og om ønsket sædvanlige additiver, især borkemikalier og/eller harpikser til vandfast lim under forhold, hvor der ikke sker gelatinering.

Fra US patentskrift nr. 2.102.937 og DE patentskrift nr. 964.760 kendes den såkaldte Stein-Hall-fremgangsmåde til fremstilling
10 af stivelseslim, ved hvilken fremgangsmåde der fremstilles en første portion af en gelatineret, delvis nedbrudt stivelsesopløsning, og en anden portion af en ikke-gelatineret stivessuspension, hvilke to portioner derefter sammenblandes til den endelige stivelseslim. Den første portion af gelatineret, delvis nedbrudt stivelsesopløsning
15 fremstilles eksempelvis ud fra 45 vægtdele af en blanding bestående af 45% stivelse, 16% kalcineret soda, 12% kalkhydrat, 0,5% bariumperoxid og 26,5% ler samt 168 vægtdele koldt vand, som sammenblandes i løbet af 30 min., i løbet af hvilken periode den af den kalcinerede soda og kalkhydratet dannede basiske opløsning frembringer en
20 gelatinering af stivelsen, og bariumperoxidet frembringer en delvis nedbrydning af den gelatinerede stivelse, hvorved opløsningen gøres tyndere og får en jævn, flydende konsistens. Herefter tilsættes der til opløsningen en mindre mængde formaldehyd til tilendebringelse af bariumperoxidets virkning, og opløsningen fortyndes med yderligere
25 400 vægtdele vand. - Den anden portion af ikke-gelatineret stivelse fremstilles ud fra 140 vægtdele stivelse, 3 vægtdele borax og 184 vægtdele vand. Efter en sammenblanding af disse bestanddele sammenblandes denne anden portion af ikke-gelatineret stivelse med den første portion af gelatineret, delvis nedbrudt stivelse over en perio-
30 de på ca. 30 minutter til opnåelse af et homogent, frit strømmende produkt. Det er ved denne fremgangsmåde muligt at opnå en konsistensmæssig anvendelig lim med et tørstofindhold på 18-28 vægtprocent.

Ved påføring af denne lim på det produkt, der skal limes,
35 f.eks. bølgepap, frembringes der på maskinen en lokal stærk forøgelse af temperaturen, hvorved den i den påførte lim tilstedeværende ikke-gelatinerede stivelse hurtigt gelatinerer, hvilket frembringer en stærk forøgelse af limens viskositet og dermed vedhæftning. Ved en efterfølgende konsolidering af vedhæftningen må overskuddet af

vand, som er af størrelsesordenen 70% eller mere, fjernes ved tør-ring.

Den ved Stein-Hall-fremgangsmåden fremstillede stivelseslim er egnet til fremstilling af bølgepap på maskiner, der arbejder ved
5 forholdsvis høj hastighed på mellem 50 og 100 meter bølgepap per minut. I de senere år er der imidlertid blevet fremstillet bølgepap-fremstillingsmaskiner, der arbejder med betydeligt højere fremstillingshastighed, f.eks. op til 300 meter bølgepap per min., og den ved Stein-Hall-fremgangsmåden fremstillede lim er ikke tilfredsstillen-
10 de til anvendelse i disse højhastigheds-bølgepapfremstillingsmaskiner, idet der hertil kræves en lim med bedre limegenskaber, dvs. en kraftigere og hurtigere indtræden af vedhæftning mellem beklædningspappet og bølgetoppene i det bølgeformede pap, hvilket med en stivelseslim kun kan opnås med et større indhold af ikke-gelatineret
15 stivelse. Den ved Stein-Hall-fremgangsmåden fremstillede stivelseslim kan imidlertid ikke bibringes et højere indhold af ikke-gelatineret stivelse uden at den derved opnår en ikke-anvendelig (ikke-bearbejdelig og ikke-pumpelig) konsistens.

Det er ved fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse
20 nu lykkedes at fremstille en stivelseslim med et mindre vandindhold og et større indhold af ikke-gelatineret stivelse, uden at denne stivelseslim derved bibringes en til anvendelse i bølgepapfremstillingsmaskiner ikke-anvendelig konsistens. Den fremstillede stiveseslim opfylder således de krav, der stilles til en lim, som skal anvendes i
25 højhastighedsbølgepapfremstillingsmaskiner.

Dette opnås med fremgangsmåden med de indledningsvis angivne karakteristika, når den ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at dekomponeringen af den gelatinerede stivelse finder sted ved 50-95°C, at oxidationsmidlet er vandopløseligt og forskellig fra
30 bariumperoxid, og at den opnåede stivelseslim har et tørstofindhold af stivelse på 20-45 vægtprocent.

Egnede oxidationsmidler til udførelse af ovennævnte fremgangs-
måde er stærke oxidationsmidler, såsom et egnet hypochlorit, et egnet perborat, et egnet persulfat, et egnet bromat eller hydrogen-
35 peroxid, eventuelt sammen med en egnet katalysator, idet perboraterne foretrækkes, navnlig natriumperborat, sammen med en kobber-sulfat-katalysator.

Den foreliggende opfindelse har endvidere den store fordel, at limen forholdsvis let kan fremstilles af brugeren, f.eks. en bølgepap-

fabrikant, på stedet. Bestanddelene indføres ganske enkelt ved atmosfærisk tryk i en åben beholder udstyret med en omrører, hvorefter de omsættes ved den behørigte temperatur og i et bestemt tidsrum til frembringelse af den ønskede lim, som derefter er klar til påføring.

Der skal kun påføres et tyndt lag af den nye stivelsesrige lim for at opnå den samme vedhæftning som med kendt lim, og der skal fordampes mindre vand. Som følge heraf kan maskinhastigheden ved fremstillingen af bølgepap forøges betragteligt.

Andre sædvanlige additiver i stivelseslim kan tilføres limen under fremstillingen.

Opfindelsen illustreres yderligere af de efterfølgende eksempler.

EKSEMPEL I

I en åben beholder, der var udstyret med en omrører, indførtes under omrøring 375 liter vand ved 55°C, 100 kg stivelse samt 15 liter natriumhypochlorit (144 g/l).

Denne blanding omrørtes i 3 minutter.

Derefter tilsattes under omrøring 12 kg NaOH, hvorefter blandingen omrørtes i 15 minutter. Temperaturen forøgedes herved til ca. 60°C.

Derefter tilsattes 675 liter vand, 600 kg stivelse og 5,25 kg borax til blandingen, og den opnåede blanding omrørtes i 15 min.

På denne måde opnåedes en lim med et tørstofindhold på ca. 40%. Den færdige lim var klar til påføring.

EKSEMPEL II

I en åben beholder, der var udstyret med en omrører, indførtes 375 liter vand, som opvarmedes til ca. 65°C. Derefter tilsattes 100 kg stivelse, 1 kg natriumperborat, 0,1 kg kobbersulfat (katalysator) og 12 kg NaOH. Under denne operation steg temperaturen til ca. 70°C. Omrøring af denne blanding fortsattes i ca. 20 minutter. Derefter tilsattes 675 liter vand til blandingen efterfulgt af tilsætningen af 600 kg stivelse og 5,25 kg borax. Den samlede blanding omrørtes, indtil den ønskede viskositet opnåedes.

På denne måde opnåedes en lim med et tørstofindhold på ca. 40%. Den færdige lim var klar til påføring.

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til fremstilling af en stivelseslim ved gelatinering af en del af stivelsen i vand og et alkalisk medium og
5 dekomponering af den gelatinerede stivelse in situ ved tilsætning af et oxidationsmiddel ved atmosfæretryk efterfulgt af tilsætning af resten af vandet, stivelsen og om ønsket sædvanlige additiver, især borkemikalier og/eller harpikser til vandfast lim under forhold, hvor der ikke sker gelatinering, k e n d e t e g n e t ved, at dekomponeringen af den gelatinerede stivelse finder sted ved 50-95°C, at
10 oxidationsmidlet er vandopløseligt og forskellig fra bariumperoxid, og at den opnåede stivelseslim har et tørstofindhold af stivelse på 20-45 vægtprocent.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at oxidationsmidlet tilsættes til blandingen under den første fase af gelatineringen af en del af stivelsen i det alkaliske medium.
15

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at der som vandopløseligt oxidationsmiddel anvendes et egnet hypochlorit, perborat, persulfat, bromat eller hydrogenperoxid, eventuelt sammen med en egnet katalysator.
20

4. Fremgangsmåde ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at det vandopløselige oxidationsmiddel er natriumperborat, som anvendes sammen med en kobbersulfatkatalysator.

25

30

35