

Винахід стосується способу одержання клею типу Stein Hall, який включає етапи:

- приготування носія шляхом желатинування принаймні частини всього крохмалю в клеї в лужному середовищі;

- розведення носія об'ємом води; і

- додавання решти вторинного крохмалю,

причому на першому етапі вищезгаданий носій приготують, застосовуючи частину лугу, а на другому етапі носій розводять об'ємом води з наступним додаванням принаймні частини вторинного крохмалю.

Винахід також стосується висококонцентрованої композиції клею типу Stein Hall (яку також називають висококонцентрованим адгезивом типу Stein Hall), яку одержують таким способом.

Клеї на основі крохмалю є загальновідомими у галузі виробництва гофрованого картону. Серед застосовуваних адгезивів клеї типу Stein Hall є найбільш популярними.

Загальновідомо, що клеї типу Stein Hall включають носій адгезиву, який одержують шляхом желатинування приблизно 10-20% від усього крохмалю в клеї з застосуванням каустичної соди. Одержану в результаті пасту після цього охолоджують, розводять водою й решту крохмалю після цього додають як природний гранульований крохмаль. Також додають буру (1,5-2,5%).

За цих обставин максимальна загальна концентрація крохмалю в цих композиціях типу Stein Hall не перевищує 25%, хоча повідомлялося й про обсяги до 30-37% від сухої маси. Цих вищих показників досягали, коли в'язкість носія обмежували за допомогою реакції окиснення або іншої подібної реакції.

Недолік цих низькоконцентрованих клеїв полягає в тому, що вони мають високий вміст води, знижену швидкість склеювання і вимагають тривалого сушіння клейкого шару на етапі склеювання. Крім того, більш висококонцентровані клеї в результаті дозволяють обмежувати споживання енергії, оскільки вимагається випарювання меншої кількості води.

Отже, бажаною є більш висока концентрація крохмалю в клеї. Але відомо також, що при застосуванні крохмалю як зв'язувального засобу існує обмеження щодо найбільшої кількості крохмалю, яку можна використати. При більшій кількості крохмалю кількість води стає недостатньою для того, щоб гарантувати належне склеювання, а в'язкість клею стає надто високою.

Висококонцентровані клеї на основі крохмалю раніше вже було описано в існуючому рівні техніки. У EP 0 038 627 описано клей на основі крохмалю, який складається з повністю желатинованої крохмальної фракції та частково розбухлої крохмальної фракції у співвідношенні від 0,2:100 до 2:1. Клей може містити від 10% до 40% сухої маси твердого крохмалю. Желатиновану фракцію одержують шляхом термічної обробки при 95°C або вище, а не через змішування з концентрованим лугом, як у класичній композиції Stein Hall. Фактично, це клей безносієвого типу, до якого додають желатиновану крохмальну фракцію для поліпшення вологості липкості клею.

У [EP 0 576 221] описано адгезивні композиції, які включають від 15 до 35% за масою твердого крохмалю. Значна кількість крохмалю є частково розбухлою (в оптимальному варіанті — від 20 до 50%).

У [EP 0 376 301] описано клей, одержаний шляхом обробки крохмальної суспензії у струминному варильному апараті при температурі від 120 до 200°C для одержання желатинованої дисперсії. Після цього до цієї желатинованої дисперсії додають нежелатинований крохмаль. Загальний вміст твердого крохмалю в цій формулі, як пояснюється у прикладах, може бути різним, від 32 до 40%.

Також у GB 1 571 336 описано спосіб одержання водного клею на основі крохмалю. У цьому способі носій приготують із желатинованого молекулярно диспергованого крохмалю з вмістом твердих речовин від 3 % до 40 % за масою шляхом варіння крохмальної суспензії з застосуванням струминного варильного апарата. Носій після цього змішують із суспензією нежелатинованого крохмалю. В одержаній у результаті суміші передбачено луг.

Клеї, описані в цих заявках, не є типовими композиціями Stein Hall.

У [EP 1 101 809] описано висококонцентровані адгезивні композиції на основі крохмалю, які містять принаймні 40%, в оптимальному варіанті — принаймні 46% сухої речовини. Цього вмісту висококонцентрованої композиції досягають шляхом додавання до клею на основі крохмалю неорганічних солей, в оптимальному варіанті — карбонату кальцію. Співвідношення крохмалю/наповнювача в оптимальному варіанті становить принаймні 60:40. Клей може належати до типів Stein-Hall, Minoscar або безносієвого типу.

У [EP 0 409 240] описано висококонцентровану адгезивну крохмальну суспензію, яка включає від 20 до 60% за масою твердого крохмалю. Цей клей стабілізують шляхом додавання смоли, такої як ксантан або ghatti gum, та невеликої кількості гідроксиду натрію.

У WO 9850478 описано висококонцентровані адгезивні композиції, які містять значну кількість розчинного у воді лужного силікату разом з крохмалем, бурою та гідроксидом натрію. Адгезивні композиції, які містять до 45% твердих речовин, описано у прикладах.

Частина з вищенаведених документів існуючого рівня техніки не стосується клеїв типу Stein-Hall, наприклад, [EP 0 038 627, EP 0 576 221, EP 0 376 301 та EP 0 409 240].

Два інші з наведених документів, тобто [EP 1 101 809] та [WO 9850478], можуть охоплювати клеї типу Stein Hall, але вони значно відрізняються від стандартних композицій тим, що вони містять неорганічний матеріал наповнювача, який додається до висококонцентрованої композиції клею.

У даній галузі було описано також інші висококонцентровані адгезивні композиції типу Stein Hall.

У US 3,912,531 описано висококонцентровані адгезивні композиції типу Stein Hall, які містять до 40% за масою твердого крохмалю.

Однак, недолік цього типу висококонцентрованої композиції клею типу Stein Hall на основі крохмалю полягає в тому, що їх одержують із застосуванням плинного крохмалю, який має плинність від 25 до 90, як крохмальний носій або частини крохмального носія.

Також у EP 0 049 009 описано висококонцентровані композиції клеїв типу Stein Hall. Проблема, яка лежить в основі цього патентного документа, стосується того, як одержати кінцевий висококонцентрований клей, у

якому в'язкість сильно не зростає, і суміш зберігає здатність до перекачування. Фактично, клей повинен мати певну стійкість у зберіганні та зручну в'язкість.

У патентному документі вказано, що висококонцентровані композиції клеїв не можуть бути одержані традиційними способами одержання клеїв типу Stein Hall (які мають низький вміст сухої речовини). Як описано вище, спосіб, яким одержують ці різновиди клеїв типу Stein Hall, включає приготування носія, а після цього — його розведення шляхом зниження лужності. Якщо не знижувати лужність, це відбивається на додаванні вторинного крохмалю, в результаті чого відбувається розбухання гранул і в'язкість стає нестійкою.

Однак, якщо треба одержати висококонцентровані композиції клеїв, розведення стає недостатнім для запобігання небажаному розбухання. Крім цього, комбінація менш розведеного носія та вищої концентрації вторинного крохмалю дає композицію, яка стає непридатною для роботи.

Розв'язання цієї проблеми, яке пропонується в заявці EP 0 049 009, полягає в окисненні носія з наступним желатинуванням окисненого крохмалю у присутності необхідної кількості гідроксиду натрію для зниження, таким чином, в'язкості носія до рівня, який дозволяє додавати потрібний вторинний крохмаль. Цей вторинний крохмаль після цього додають для досягнення 40% клею за кількістю сухої речовини. Слід наголосити на тому, що крохмальний носій у клеї представляє понад 14% сухої речовини крохмалю, присутнього в клеї.

Недолік цього способу полягає в тому, що згідно з ним одержують висококонцентровані композиції клеїв з необхідністю застосування крохмалів обмеженої в'язкості у фракції носія.

Крохмалі обмеженої в'язкості, згадані в патентних документах існуючого рівня техніки, як правило, є плинними крохмалю або окисненими крохмалю, причому плинні крохмалі одержують шляхом хімічного або ферментного розкладу.

У [US 6,048,391] описано спосіб одержання клею на основі крохмалю для виробництва гофрованого картону. Спосіб здійснюють у системі, яка включає першу і відносно велику посудину для змішування, оснащену мішалкою. Друга, менша посудина для змішування з'єднана з першою посудиною для змішування через рециркуляційний шлях. Друга, менша посудина для змішування містить засоби для прикладення зсувного зусилля, яке є більшим за зсувне зусилля, що діє в першій, більшій посудині для змішування. Спосіб здійснюють у два етапи. На першому етапі подають воду та крохмаль для утворення носія у першій

посудині для змішування, а потім одержаний в результаті носій переносять у другу посудину для змішування. Спочатку у другу посудину для змішування під контролем додають луг для приготування носія. На другому етапі до носія, коли він ще перебуває в меншій посудині, ще додають крохмаль, воду, буру та другу порцію лугу.

Недолік цієї системи полягає в тому, що вона передбачає додаткову посудину для змішування, у яку вставлено циркуляційну петлю. Таким чином, потрібна система, яка є більш складною з технічної точки зору і більш дорогою. Крім того, клеї типу Stein Halls, які одержують цим способом, не мають висококонцентрованих композицій.

Мета винаходу полягає в забезпеченні способу одержання клею типу Stein Hall, який не виявляє вищезгаданих недоліків.

Цієї мети досягають шляхом забезпечення способу одержання клею типу Stein Hall, який включає етапи:

- приготування носія шляхом желатинування принаймні частини всього крохмалю в клеї в лужному середовищі;

- розведення носія об'ємом води і

- додавання решти вторинного крохмалю;

причому на першому етапі приготують вищезгаданий носій, застосовуючи частину лугу, а на другому етапі носій розводять об'ємом води з наступним додаванням принаймні частини вторинного крохмалю, причому висококонцентровану композицію клею типу Stein Hall одержують, використовуючи одну посудину для змішування, причому на першому етапі вищезгаданий носій приготують в одній посудині для змішування, а на третьому етапі додають решту лугу в розведеній формі разом зі вторинним крохмалем.

В оптимальному способі згідно з винаходом додавання решти вторинного крохмалю та лугу здійснюють поетапно.

Перевага полягає в тому, що вторинний крохмаль прямо не піддається дії надмірно високих концентрацій лугу, і, таким чином, забезпечується запобігання передчасному розбухання вторинного крохмалю.

У ще кращому способі згідно з винаходом, додавання лугу та крохмалю здійснюють принаймні у два етапи.

У конкретному способі згідно з винаходом під час першого етапу приготують носій, який містить від 2 до 9 % від усього вмісту крохмалю шляхом змішування крохмалю разом з водою та лугом, доки весь крохмаль не стане желатинуваним.

У більш конкретному способі згідно з винаходом на першому етапі вміст лугу в носії, як правило, становить менше, ніж 2/3 від загальної кількості, потрібної для композиції клею.

В іншому конкретному способі згідно з винаходом на другому етапі носій розводять об'ємом води, який відповідає від 60 до 85 % від об'єму носія.

У більш конкретному способі згідно з винаходом на другому етапі додають від 50 до 75 % вторинного крохмалю.

В оптимальному способі згідно з винаходом після третього етапу додають буру.

Перевага полягає в тому, що поліпшується первісне прилипання й регулюються вологоутримання та проникна здатність клею.

Мети винаходу також досягають шляхом забезпечення висококонцентрованої композиції клею типу Stein Hall, яку одержують описаним вище способом, згідно з яким:

- вона містить від 32 до 45 % природного або стабілізованого крохмалю;

- співвідношення крохмального носія з вторинним крохмалем становить від 1:50 до 1:11;

- вона виявляє в'язкість за Бауером від 21 сек до 60 сек; і

- концентрація лугу в клеї є достатньою для забезпечення SGP від 45°C до 53°C.

В оптимальній висококонцентрованій композиції клею типу Stein Hall згідно з винаходом природний або стабілізований крохмаль одержують із крохмалю, який походить зі злаків, бульб або коріння.

Спосіб одержання клеїв згідно з винаходом включає кілька послідовних етапів:

- під час першого етапу приготують носій, який містить від 2 до 9 % від усього вмісту крохмалю, шляхом змішування крохмалю з водою та лугом, доки весь крохмаль не стане желатинованим. Вміст лугу в носії, як правило, становить менше, ніж 2/3 від загальної кількості, потрібної для композиції клею;

- під час наступного етапу носій розводять об'ємом води, який відповідає від 60 до 85% від об'єму носія, з наступним додаванням щонайменше половини і щонайбільше 75% вторинного крохмалю.

- на подальшому етапі додають решту лугу в розведеній формі разом з рештою вторинного крохмалю.

Додавання решти крохмалю та лугу здійснюють одночасно або поетапно. Якщо додавання здійснюють одночасно, слід стежити, щоб крохмаль не потрапляв під пряму дію лугу.

Під час поетапного додавання луг спочатку додають до суміші першого та наступного етапу з наступним додаванням решти вторинного крохмалю. Поетапне додавання лугу та крохмалю в оптимальному варіанті здійснюють у два або більше етапів.

На завершення композиції клею додають буру.

Висококонцентровані адгезивні композиції типу Stein Hall згідно з винаходом мають такі властивості:

- вони містять від 32 до 45% природного або стабілізованого крохмалю,

- співвідношення крохмального носія з вторинним крохмалем становить від 1:50 до 1:11,

- вони виявляють в'язкість за Бауером від 21 сек до 60 сек,

- і концентрація лугу у клеї є достатньою для забезпечення SGP від 45 до 53°C.

Природний або стабілізований крохмаль одержують із крохмалю, який походить зі злаків, бульб або коріння. Типовими його прикладами є, наприклад, крохмалі, одержані з кукурудзи, пшеницю, ячменю, картоплі, тапіоки або ароту, включаючи воскові та високоамілозні типи крохмалю. Стабілізовані крохмалі, згадані в заявці, відповідають крохмалю, фізично та/або хімічно обробленим з метою одержання крохмалів, які є менш чутливими до лугу при навколишній або децю підвищених температурах. В результаті вони не зазнають неконтрольованого передчасного розбухання та/або желатинування.

Перевага висококонцентрованої композиції клею типу Stein Hall на основі крохмалю згідно з винаходом, одержаного способом винаходу, полягає в тому, що немає необхідності у використанні крохмалів обмеженої в'язкості у фракції носія, і водночас відповідні клеї зберігають відмінну стійкість у зберіганні та зручну в'язкість. Вони лише містять природні або стабілізовані крохмалі. Крім того, одержують висококонцентровані композиції клеїв, придатні до перекачування.

Цей винахід далі пояснюється на представлених нижче прикладах, які слід розглядати як такі, що не обмежують обсяг винаходу як акого, представлений далі у формулі винаходу.

Приклад 1

Висококонцентровану композицію клею одержували таким чином:

У 2000-літровій посудині спочатку приготували фракцію носія. Отже, 16 л 30% (об'єм/об'єм) розчину NaOH домішували до дисперсії, що містила 28 кг стабілізованого пшеничного крохмалю та 650 л води. Суміш перемішували мішалкою з високим зсувом при 1500 об./хв протягом 10 хвилин, даючи крохмалеві желатинуватися. Кількість крохмалю у фракції носія відповідає 3,25% від усього вмісту крохмалю в клеї (співвідношення 1:30).

На наступному етапі до носія додавали 550 л водопровідної води разом з 500 кг стабілізованого пшеничного крохмалю та 3 кг бури. Усе це змішували при 1500 об./хв протягом додаткових 5 хвилин.

Перед додаванням решти лугу та крохмалю інші 12 л 30% (об'єм/об'єм) розчину NaOH спочатку розводили 100 л води.

Потім у посудину додавали 37 л розведеного лугу з наступним додаванням 200 кг стабілізованого пшеничного крохмалю. Цю суміш перемішували протягом 5 хвилин перед додаванням другої кількості 37 л лугу та 138 кг крохмалю. Суміш знову інтенсивно перемішували.

І нарешті, при перемішуванні до клею додавали решту 38 л лугу та 5,5 кг бури.

Одержана таким чином композиція клею включає 40% за масою твердого крохмалю і складається з:

Вода: 1300 л

Крохмаль: 866 кг

Об'єм: 1820 л

NaOH: 6,25 г/л

Бура: 5,21 г/л

Одержаний таким чином клей виявляв такі властивості:

	Безпосередньо після одержання	Через 30 хвилин	Через 6 годин
Бауер (секунди)	22	25	27
Брукфілд (мПа, 20 об./хв)	480	500	710

SGP: 47°C

Приклад 2:

У цьому прикладі описано клей, який містить 40% за масою твердого кукурудзяного крохмалю. У резервуар об'ємом 1500 л розпилювали 24 кг кукурудзяного крохмалю у 440 л води. До цієї дисперсії додавали 12 кг 33% (об'єм/об'єм) NaOH і суміш перемішували мішалкою з високим зсувом протягом 12 хвилин при 1500 об./хв. Кількість крохмалю у фракції носія відповідає 4,2% від усього вмісту крохмалю в клеї

(співвідношення 1:24).

На наступному етапі додавали 320 л води з наступним додаванням 4,5 кг бури й інтенсивно перемішували протягом 3 хвилин. Потім до фракції носія додавали 300 кг крохмалю й диспергували в ній до гомогенності шляхом змішування при 1500 об./хв протягом додаткових 3 хвилин. Перед додаванням решти лугу та крохмалю цю додаткову лужну фракцію (10 кг 33% NaOH) розводили 100 л води.

Отже, в резервуар додавали 37 л розведеного лугу з наступним додаванням 151 кг стабілізованого кукурудзяного крохмалю й перемішували при 1500 об./хв протягом 3 хвилин. Потім додавали другу кількість лугу з наступним додаванням 100 кг крохмалю й диспергували. І нарешті, при перемішуванні додавали решту 35 л лугу разом з 4 кг бури.

Одержана таким чином композиція клею включає 40% за масою твердого крохмалю і складається з:

Води:	860 л
Крохмалю:	575 кг
Об'єм:	1200 л
NaOH:	6,25 г/л
Бури:	6,25 г/л

Одержаний таким чином клей виявляв такі властивості:

	Безпосередньо після одержання
В'язкість за Бауером (секунди)	48
Брукфілд (мПа, 20 об./хв)	1600

**SGP:** 48,5°C