

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 390 932**

51 Int. Cl.:
D21H 21/30 (2006.01)
B41M 5/52 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08170098 .1**
96 Fecha de presentación: **27.11.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2192230**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.06.2010**

54 Título: **Composiciones abrillantadoras ópticas para la impresión por chorro de tinta de alta calidad**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.11.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.11.2012

73 Titular/es:
CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (50.0%)
Citco Building, Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola, VG y
INTERNATIONAL PAPER COMPANY (50.0%)

72 Inventor/es:
JACKSON, ANDREW CLIVE;
KLEIN CÉDRIC;
PUDDIPHATT DAVID y
SKAGGS, BENNY

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 390 932 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones abrillantadoras ópticas para la impresión por chorro de tinta de alta calidad

5 La presente invención se refiere a composiciones líquidas que comprenden derivados de diaminoestilbena, aglutinantes y sales de metales divalentes para el abrillantamiento óptico de sustratos adecuados para la impresión por chorro de tinta de alta calidad

Antecedentes de la invención

10 La impresión por chorro de tinta se ha convertido en los últimos años en un medio muy importante para registrar datos e imágenes sobre una hoja de papel. Los bajos costes, la fácil producción de imágenes multicolores y la velocidad relativamente alta son algunas de las ventajas de esta tecnología. Sin embargo, la impresión por chorro de tinta impone grandes exigencias al sustrato con el fin de cumplir los requisitos de un tiempo de secado corto, una alta densidad de impresión y nitidez y un sangrado de color a color reducido. Además de ello, el sustrato debería tener un alto brillo. Los papeles comunes, por ejemplo, son deficientes para absorber los colorantes o pigmentos aniónicos basados en agua utilizados en la impresión por chorro de tinta; la tinta permanece durante un tiempo considerable sobre la superficie del papel, lo cual permite que tenga lugar una difusión de la tinta y conduce a una baja nitidez de impresión. Un método de lograr un corto tiempo de secado al tiempo que se proporciona una alta densidad de impresión y nitidez consiste en utilizar papeles revestidos con sílice especiales. Sin embargo, este tipo de papeles son caros de producir.

25 El documento US 6.207.258 proporciona una solución parcial a este problema al describir que la calidad de impresión por chorro de tinta pigmentada puede ser mejorada tratando la superficie del sustrato con un medio de encolado acuoso que contiene una sal de metal divalente. Sales de metales divalentes preferidas son cloruro de calcio y cloruro de magnesio. El medio de encolado puede contener también otros aditivos para el papel convencionales utilizados en el tratamiento de papel no revestido. Incluidos dentro de aditivos para el papel convencionales se encuentran agentes abrillantadores ópticos (OBAs – siglas en inglés), de los cuales es bien sabido que mejoran considerablemente la blancura del papel y, con ello, el contraste entre la impresión por chorro de tinta y el fondo. El documento US 6.207.258 no ofrece ejemplos del uso de agentes abrillantadores ópticos con la invención.

35 El documento WO 2007/044228 reivindica composiciones que incluyen un agente de encolado de anhídrido alquencil-succínico y/o un agente de encolado dímero de alquil-ceteno, e incorporan una sal metálica. No se hace referencia alguna al uso de agentes abrillantadores ópticos con la invención.

40 El documento WO 2008/048265 reivindica una hoja de registro para imprimir, que comprende un sustrato formado a partir de fibras lignocelulósicas, de las cuales al menos una superficie es tratada con una sal de metal divalente soluble en agua. La hoja de registro exhibe un tiempo de secado de la imagen mejorado. Abrillantadores ópticos se incluyen en una lista de componentes opcionales de un tratamiento preferido de la superficie, que comprenden cloruro de calcio y uno o más almidones. No se proporcionan ejemplos del uso de abrillantadores ópticos con la invención.

45 El documento WO 2007/053681 describe una composición de encolado que, cuando se aplica a un sustrato de chorro de tinta, mejora la densidad de impresión, el sangrado de color a color, la nitidez de impresión y/o el tiempo de secado de la imagen. La composición de encolado comprende al menos un pigmento, preferiblemente carbonato de calcio precipitado o molido, al menos un aglutinante, del que un ejemplo es un sistema multicomponente que incluye almidón y poli(alcohol vinílico), al menos una especie orgánica con contenido en nitrógeno, preferiblemente un polímero o copolímero de cloruro de dialildimetil-amonio (DADMAC – siglas en inglés) y al menos una sal inorgánica. La composición de encolado puede contener también al menos un agente abrillantador óptico, ejemplos de los cuales son Leucophor BCW y Leucophor FTS de Clariant.

55 Las ventajas de utilizar una sal de metal divalente tal como cloruro de calcio en sustratos destinados a la impresión por chorro de tinta pigmentada puede sólo ser totalmente reconocida cuando se encuentra disponible un abrillantador óptico soluble en agua compatible. Es bien sabido, sin embargo, que abrillantadores ópticos solubles en agua son propensos a la precipitación en altas concentraciones de calcio. (Véase, por ejemplo, la página 50 en Tracing in Geohydrology por Werner Käss y Horst Behrens, publicada por Taylor & Francis, 1998).

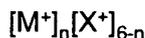
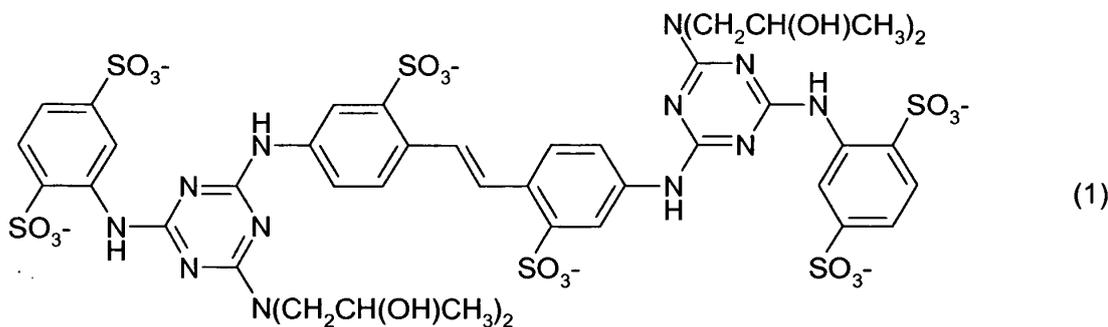
60 Por consiguiente, existe la necesidad de un abrillantador óptico soluble en agua que tenga una buena compatibilidad con las composiciones de encolado que contienen una sal de metal divalente.

Descripción de la invención

Se ha encontrado ahora que abrillantadores ópticos de fórmula (I) tienen una compatibilidad sorprendentemente buena con composiciones de encolado que contienen una sal de metal divalente.

5 Por lo tanto, la presente invención proporciona una composición de encolado para el abrillantamiento óptico de sustratos, preferiblemente papel, que es especialmente adecuada para la impresión por chorro de tinta pigmentada, que comprende

- 10 (a) al menos un aglutinante;
 (b) al menos una sal de metal divalente según se define en las reivindicaciones;
 (c) agua, y
 (d) al menos un abrillantador óptico de fórmula (1)



15 en que
 M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, un catión de metal alcalino, amonio, amonio que está mono-, di- o tri-sustituido con un radical alquilo C1-C4 lineal o ramificado, amonio que está mono-, di- o tri-sustituido con un radical hidroxialquilo C1-C4 lineal o ramificado, o mezclas de dichos compuestos y
 20 n está en el intervalo de 0 a 6.

Compuestos preferidos de fórmula (I) son aquellos en que
 M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en un catión de metal alcalino, y un radical hidroxialquilo C1-C4 trisustituido, lineal o ramificado, o mezclas de dichos compuestos y
 25 n está en el intervalo de 0 a 6.

Compuestos más preferidos de fórmula (I) son aquellos en los que
 M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en Li, Na, K y radical hidroxialquilo C1-C3 trisustituido, lineal o ramificado, o mezclas de dichos compuestos y
 30 n está en el intervalo de 0 a 6.

Compuestos especialmente preferidos de fórmula (I) son aquellos en los que
 M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en Na, K y trietanolamina, o mezclas de dichos compuestos,
 35 y
 n está en el intervalo de 0 a 6.

La concentración de abrillantador óptico en la composición de encolado puede oscilar entre 0,2 y 30 g/l, preferiblemente entre 1 y 15 g/l, lo más preferiblemente entre 2 y 12 g/l.

40

El aglutinante es, típicamente, un almidón enzimática o químicamente modificado, p. ej. almidón oxidado, almidón hidroxietilado o almidón acetilado. El almidón también puede ser almidón nativo, almidón aniónico, un almidón catiónico o un anfipático, dependiendo de la realización particular que se esté poniendo en práctica. Mientras que la fuente de almidón puede ser cualquiera, ejemplos de fuentes de almidón incluyen maíz, trigo, patata, arroz, tapioca y sagú. También se pueden utilizar uno o más aglutinantes secundarios, p. ej. poli(alcohol vinílico).

45

- 5 La concentración de aglutinante en la composición de encolado puede oscilar entre 1 y 30% en peso, preferiblemente entre 2 y 20% en peso, lo más preferiblemente entre 5 y 15% en peso. Sales de metales divalentes preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro de calcio, cloruro de magnesio, bromuro de calcio, bromuro de magnesio, yoduro de calcio, yoduro de magnesio, nitrato de calcio, nitrato de magnesio, formiato de calcio, formiato de magnesio, acetato de calcio, acetato de magnesio, sulfato de calcio, sulfato de magnesio, tiosulfato de calcio o tiosulfato de magnesio, o mezclas de dichos compuestos.
- 10 Sales de metales divalentes más preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro de calcio, cloruro de magnesio, bromuro de calcio, bromuro de magnesio, sulfato de calcio, sulfato de magnesio, tiosulfato de calcio o tiosulfato de magnesio, o mezclas de dichos compuestos.
- 15 Sales de metales divalentes más preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro de calcio o cloruro de magnesio o mezclas de dichos compuestos.
- La concentración de sal de metal divalente en la composición de encolado puede oscilar entre 1 y 100 g/l, preferiblemente entre 2 y 75 g/l, lo más preferiblemente entre 5 y 50 g/l.
- 20 Cuando la sal de metal divalente es una mezcla de una sal de calcio y una sal de magnesio, la cantidad de la sal de calcio puede estar en el intervalo de 0,1 a 99,9%.
- El valor del pH de la composición de encolado está típicamente en el intervalo de 5-13, preferiblemente 6-11.
- 25 Además de uno o más aglutinantes, una o más sales de metales divalentes, uno o más abrillantadores ópticos y agua, la composición de encolado puede contener subproductos formados durante la preparación del abrillantador óptico así como otros aditivos para el papel convencionales. Ejemplos de aditivos de este tipo son soportes, desespumantes, emulsiones de cera, colorantes, sales inorgánicas, coadyuvantes de solubilización, conservantes, agentes complejantes, agentes de encolado de la superficie, reticulantes, pigmentos, resinas especiales, etc.
- 30 En un aspecto adicional de la invención, el abrillantador óptico puede pre-mezclarse con poli(alcohol vinílico) con el fin de reforzar el comportamiento del abrillantador óptico en las composiciones de encolado. El poli(alcohol vinílico) puede tener cualquier nivel de hidrólisis, incluido de 60 a 99%. La mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico) puede contener cualquier cantidad de abrillantador óptico y poli(alcohol vinílico). Ejemplos de preparar mezclas de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico) se pueden encontrar en el documento
- 35 WO 2008/017623.
- La mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico) puede ser una mezcla acuosa.
- 40 La mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico) puede contener cualquier cantidad de abrillantador óptico, incluido de 10 a 50% en peso de al menos un abrillantador óptico. Además, la mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico) puede contener cualquier cantidad de poli(alcohol vinílico), incluido de 0,1 a 10% en peso de poli(alcohol vinílico).
- 45 La composición de encolado se puede aplicar a la superficie de un sustrato de papel por cualquier método de tratamiento de superficies conocido en la técnica. Ejemplos de métodos de aplicación incluyen aplicaciones en prensa encoladora, aplicación de encolado en calandria, encolado en pila, aplicaciones de revestimiento y aplicaciones de atomización. (Véanse, por ejemplo, las páginas 283-286 en Handbook for Pulp & Paper Technologists por G. A. Smook 2ª edición Angus Wilde Publications, 1992 y documento US 2007/0277950). El método preferido de aplicación es la prensa encoladora tal como la prensa encoladora en charcos o la prensa encoladora con varilla medidora. Una hoja de papel pre-conformada se hace pasar a través de una zona de presión
- 50 de dos rodillos que es anegada con la composición de encolado. El papel absorbe algo de la composición, siendo retirado el resto en la zona de presión.
- 55 El sustrato de papel contiene una banda de fibras de celulosa que puede ser sintética o puede ser obtenida de cualquier planta fibrosa, incluidas fuentes leñosas y no leñosas. Preferiblemente, las fibras de celulosa se obtienen de madera dura y/o madera blanda. Las fibras pueden ser fibras vírgenes o fibras recicladas, o cualquier combinación de fibras vírgenes y recicladas.
- 60 Las fibras de celulosa contenidas en el sustrato de papel se pueden modificar por métodos físicos y/o químicos según se describe, por ejemplo, en los Capítulos 13 y 15, respectivamente, en Handbook for Pulp & Paper Technologists por G. A. Smook, 2ª edición, Angus Wilde Publications, 1992. Un ejemplo de una modificación química

de la fibra de celulosa es la adición de un abrillantador óptico según se describe, por ejemplo, en los documentos EP 884.312, EP 899.373, WO 02/055646, WO 2006/061399, WO 2007/017336, WO 2007/143182, US 2006-0185808 y US 2007-0193707.

5 La composición de encolado se prepara añadiendo el abrillantador óptico (o la mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico)) y la sal de metal divalente a una disolución acuosa pre-conformada del aglutinante a una temperatura entre 20°C y 90°C. Preferiblemente, la sal de metal divalente se añade antes del abrillantador óptico (o mezcla de abrillantador óptico/poli(alcohol vinílico)), y a una temperatura entre 50°C y 70°C.

10 El sustrato de papel que contiene la composición de encolado de la presente invención puede tener cualquier brillo ISO, incluido un brillo ISO que es de al menos 80, al menos 90 y al menos 95.

15 El sustrato de papel de la presente invención puede tener cualquier blancura CIE, incluida al menos 130, al menos 146, al menos 150 y al menos 156. La composición de encolado tiene una tendencia a potenciar la blancura CIE de una hoja en comparación con composiciones de encolado convencionales que contienen niveles similares de abrillantadores ópticos.

20 La composición de encolado de la presente invención tiene una tendencia disminuida a verdear una hoja a la que se ha aplicado en comparación con la de composiciones de encolado convencionales que contienen cantidades equiparables de abrillantadores ópticos. El verdeo es un fenómeno relacionado con la saturación de la hoja, de modo que una hoja no puede aumentar su blancura, incluso a medida que aumenta la cantidad de abrillantador óptico. La tendencia a verdear se mide según se indica por el diagrama a*-b*, siendo a* y b* las coordenadas de color en el sistema CIE Lab. Por consiguiente, la composición de encolado de la presente invención proporciona al usuario la capacidad de aumentar eficazmente las concentraciones de abrillantador óptico en el papel en presencia de un ion de metal divalente sin alcanzar la saturación, mientras que, al mismo tiempo, mantiene o potencia la blancura CIE y el brillo ISO del papel.

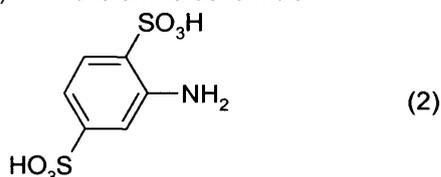
25 Aún cuando los sustratos de papel de la presente invención muestran propiedades potenciadas, adecuadas para la impresión por chorro de tinta, los sustratos también se pueden utilizar para múltiples fines y asimismo la impresión por chorro de tinta. Estas aplicaciones pueden incluir las que requieren sustratos de papel cortados a tamaño así como sustratos de rollo de papel.

30 El sustrato de papel de la presente invención puede contener una imagen, La imagen puede formarse sobre el sustrato con cualquier sustancia, incluido colorante, pigmento y tóner.

35 Una vez que se ha formado la imagen sobre el sustrato, la densidad de impresión puede ser cualquier densidad de impresión óptica que incluye una densidad de impresión óptica que es al menos 1,0, al menos 1,2, al menos 1,4, al menos 1,6. Métodos para medir la densidad de impresión óptica se pueden encontrar en el documento EP 1775141.

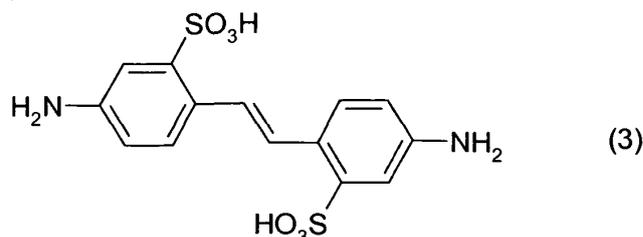
40 La preparación de un compuesto de fórmula (1), en que M=Na y n=6 se ha descrito previamente en los documentos WO 02/060883 y WO 02/077106. No se han proporcionado ejemplos de la preparación de un compuesto de fórmula (1) en que M≠X y n < 6.

45 Los compuestos de fórmula (I) se preparan mediante la reacción escalonada de un haluro cianúrico con (a) una amina de fórmula



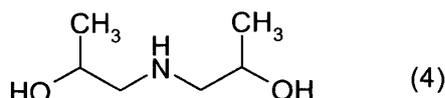
en la forma de ácido libre, de sal parcial o completa,

(b) una diamina de fórmula



en la forma de ácido libre, de sal parcial o completa,

5 y
c) diisopropanolamina de fórmula



En calidad de haluro cianúrico se puede emplear el fluoruro, cloruro o bromuro. Se prefiere cloruro cianúrico.

10 Cada una de las reacciones se puede llevar a cabo en medio acuoso, suspendiendo el haluro cianúrico en agua o en un medio acuoso/orgánico, disolviéndose el haluro cianúrico en un disolvente tal como acetona. Cada una de las aminas se puede introducir sin dilución o en forma de una disolución o suspensión acuosa. Las aminas se pueden hacer reaccionar en cualquier orden, a pesar de que se prefiere hacer reaccionar primero las aminas aromáticas. Cada una de las aminas se puede hacer reaccionar estequiométricamente o en exceso. Típicamente, las aminas aromáticas se hacen reaccionar estequiométricamente o en un ligero exceso; diisopropanolamina se emplea
15 generalmente en un exceso de 5-30% frente a la estequiometría.

20 Para la sustitución del primer halógeno del haluro cianúrico se prefiere operar a una temperatura en el intervalo de 0 a 20°C y bajo condiciones de pH de carácter ácido a neutro, preferiblemente en el intervalo de pH de 2 a 7. Para la sustitución del segundo halógeno del haluro cianúrico se prefiere operar a una temperatura en el intervalo de 20 a 60°C y bajo condiciones débilmente ácidas a débilmente alcalinas, preferiblemente a un pH en el intervalo de 4 a 8. Para la sustitución del tercer halógeno del haluro cianúrico se prefiere operar a una temperatura en el intervalo de 60 a 102°C y bajo condiciones débilmente ácidas a alcalinas, preferiblemente a un pH en el intervalo de 7 a 10.

25 El pH de cada una de las reacciones se controla generalmente mediante la adición de una base adecuada, viniendo dictaminada la elección de la base por la composición deseada del producto. Bases preferidas son, por ejemplo, hidróxidos, carbonatos o bicarbonatos de metales alcalinos (p. ej. litio, sodio o potasio), o aminas terciarias alifáticas p. ej. trietanolamina o triisopropanolamina. En los casos en los que se utiliza una combinación de dos o más bases diferentes, las bases se pueden añadir en cualquier orden o al mismo tiempo.

30 En los casos en que sea necesario ajustar el pH de la reacción utilizando un ácido, ejemplos de ácidos que se pueden utilizar incluyen ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fórmico y ácido acético.

35 Disoluciones acuosas que contienen uno o más compuestos de fórmula general (1) se pueden opcionalmente desalar mediante filtración en membrana o mediante una secuencia de precipitación, seguido de disolución utilizando una base apropiada.

El proceso de filtración en membrana preferido es el de ultrafiltración utilizando, p. ej., polisulfona, poli(fluoruro de vinilideno), acetato de celulosa o membranas de película delgada.

40 EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos deben demostrar la presente invención con mayor detalle. Si no se indica de otra manera, "partes" significa "partes en peso" y "%" significa "% en peso".

45 Ejemplo 1

Etapas 1: 31,4 partes de sal monosódica del ácido anilina-2,5-disulfónico se añaden a 150 partes de agua y se disuelven con ayuda de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% a aprox. 25°C y a un valor del pH de aprox. 8-9. La disolución obtenida se añade a lo largo de un periodo de aprox. 30 minutos a 18,8 partes de cloruro

5 cianúrico dispersadas en 30 partes de agua, 70 partes de hielo y 0,1 partes de un agente antiespumante. La temperatura se mantiene por debajo de 5°C utilizando un baño de hielo/agua y, si es necesario, añadiendo hielo a la mezcla de reacción. El pH se mantiene a aprox. 4-5 utilizando una disolución de carbonato de sodio a aprox. el 20%. Al término de la adición, el pH se aumenta hasta aprox. 6 utilizando una disolución de carbonato de sodio a aprox. el 20%, y la agitación continúa a aprox. 0- 5°C hasta completarse la reacción (3-4 horas).

10 **Etapas 2:** 8,8 partes de bicarbonato de sodio se añaden a la mezcla de reacción. Una disolución acuosa, obtenida al disolver bajo nitrógeno 18,5 partes de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico en 80 partes de agua con ayuda de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% a aprox. 45-50°C y a un valor del pH de aprox. 8-9, se añade gota a gota a la mezcla de reacción. La mezcla resultante se calienta a aprox. 45-50°C hasta completarse la reacción (3-4 horas).

15 **Etapas 3:** Después se añaden 17,7 partes de diisopropanolamina, y la temperatura se eleva gradualmente hasta aprox. 85-90°C y se mantiene a esta temperatura hasta completarse la reacción (2-3 horas), al tiempo que se mantiene el pH en aprox. 8-9 utilizando una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30%. Después, la temperatura se hace descender hasta 50°C, y la mezcla de reacción se filtra y se enfría hasta la temperatura ambiente. La disolución se ajusta a la concentración para dar una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M=X=Na$ y $n = 6$ (0,125 mol/kg, 17,8%).

20 Ejemplo 2

Una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = K$ y $4,5 \leq n \leq 5,5$ (0,125 mol/kg, aprox. 18,0%) se obtiene siguiendo el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con la única diferencia de que se utiliza una disolución de hidróxido de potasio a aprox. el 30% en lugar de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% en la Etapa 3.

Ejemplo 3

30 Una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = K$ y $2,5 \leq n \leq 4,5$ (0,125 mol/kg, aprox. 18,3%) se obtiene siguiendo el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con la única diferencia de que se utilizan 10 partes de bicarbonato de sodio en lugar de 8,8 partes de bicarbonato de sodio en la Etapa 2 y se utiliza una disolución de hidróxido de potasio a aprox. el 30% en lugar de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% en las Etapas 2 y 3.

35 Ejemplo 4:

Una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = K$ y $0 \leq n \leq 2,5$ (0,125 mol/kg, aprox. 18,8%) se obtiene siguiendo el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con las únicas diferencias de que se utiliza una disolución de hidróxido de potasio a aprox. el 30% en lugar de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% en las Etapas 1, 2 y 3, se utiliza una disolución de carbonato de potasio a aprox. el 20% en lugar de una disolución de carbonato de sodio a aprox. el 20% en la Etapa 1, y se utilizan 10 partes de bicarbonato de potasio en lugar de 8,8 partes de bicarbonato de sodio en la Etapa 2.

45 Ejemplo 5:

Una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = Li$ y $4,5 \leq n \leq 5,9$ (0,125 mol/kg, aprox. 17,7%) se obtiene siguiendo el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con la única diferencia de que se utiliza una disolución de hidróxido de litio a aprox. el 10% en lugar de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% en la Etapa 3.

50 Ejemplo 6

Una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = Li$ y $2,5 \leq n \leq 4,5$ (0,125 mol/kg, aprox. 17,3%) se obtiene siguiendo el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con la única diferencia de que se utilizan 3,7 partes de carbonato de litio en lugar de 8,8 partes de bicarbonato de sodio en la Etapa 2 y se utiliza una disolución de hidróxido de litio a aprox. el 10% en lugar de una disolución de hidróxido de sodio a aprox. el 30% en las Etapas 2 y 3.

60 Ejemplo 7

Un compuesto de fórmula (1), en que $M = H$ se aísla mediante precipitación con ácido clorhídrico concentrado de la

disolución concentrada del compuesto de fórmula (1) obtenido en el Ejemplo 1, seguido de filtración. La torta de prensado se disuelve luego en una disolución acuosa de 7 equivalentes de trietanolamina para dar una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = trietanolamonio$ y $1 \leq n \leq 3$ (0,125 mol/kg, aprox. 24,2%).

5 **Ejemplo 8**

Se produce una disolución de abrillantador óptico 8 agitando juntos

- una disolución acuosa que contiene compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = K$ y $0 \leq n \leq 2,5$ preparado de acuerdo con el Ejemplo 4,
- un poli(alcohol vinílico) con un grado de hidrólisis de 85% y una viscosidad Brookfield de 3,4-4,0 mPa.s y
- agua,

al tiempo que se calienta hasta 90-95°C, hasta que se obtenga una disolución transparente que permanece estable después del enfriamiento a la temperatura ambiente.

15 Las partes de cada uno de los componentes se seleccionan con el fin de obtener una disolución acuosa final 8 que comprende un compuesto de fórmula (1), en que $M = Na$, $X = K$ y $0 \leq n \leq 2,5$ preparado de acuerdo con el Ejemplo 4, a una concentración de 0,125 mol/kg y 2,5% de un poli(alcohol vinílico) con un grado de hidrólisis de 85% y una viscosidad Brookfield de 3,4-4,0 mPa.s. El pH de la disolución 8 está en el intervalo de 8-9.

20 **Ejemplos de aplicación 1 a 8**

Composiciones de encolado se preparan añadiendo una disolución acuosa de un compuesto de fórmula (1) preparado de acuerdo con los Ejemplos 1 a 8 a un intervalo de concentraciones de 0 a 50 g/l (de 0 a aprox. 12,5 g/l de abrillantador óptico) a una disolución acuosa agitada de cloruro de calcio (35 g/l) y un almidón aniónico (50 g/l) (Penford Starch 260) a 60°C. La disolución de encolado se deja enfriar, luego se vierte entre los rodillos en movimiento de una prensa de encolado de laboratorio y se aplica a una hoja base de papel blanqueado de 75 g/m² de AKD (dímero de alquil ceteno) comercial. El papel tratado se seca durante 5 minutos a 70°C en un secador de lecho plano.

El papel secado se deja acondicionar y luego se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

Composiciones de encolado se preparan añadiendo una disolución acuosa de Leucophor BCW de Clariant a un intervalo de concentraciones de 0 a 50 g/l (de 0 a aprox. 12,5 g/l de abrillantador óptico) a una disolución acuosa agitada de cloruro de calcio (35 g/l) y un almidón aniónico (50 g/l) (Penford Starch 260) a 60°C. La disolución de encolado se deja enfriar, luego se vierte entre los rodillos en movimiento de una prensa de encolado de laboratorio y se aplica a una hoja base de papel blanqueado de 75 g/m² de AKD (dímero de alquil ceteno) comercial. El papel tratado se seca durante 5 minutos a 70°C en un secador de lecho plano.

El papel secado se deja acondicionar y luego se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Conc. g/l	Blancura CIE								Ejemplo comparativo
	Ejemplo de aplicación								
	1	2	3	4	5	6	7	8	1
0	103,7	103,7	103,7	103,7	103,7	103,7	103,7	103,7	103,7
20	130,3	131,4	131,7	131,9	131,4	131,7	132,0	132,2	129,0
30	134,7	135,0	135,4	135,8	134,7	135,1	135,9	136,5	132,5
40	137,3	137,8	138,0	138,3	137,1	137,2	138,5	139,8	134,6
50	140,3	140,7	141,2	141,7	139,8	140,4	142,0	143,0	138,0

Los resultados en la Tabla 1 demuestran claramente el excelente efecto blanqueador proporcionado por las composiciones de la invención.

La evaluación de aptitud de impresión se realizó con una tinta de pigmento negro aplicada al papel utilizando una varilla de estiramiento y dejándola secar.

La densidad óptica se midió utilizando un densitómetro óptico Ihara R710. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

		Densidad óptica
Hoja de papel tratada de acuerdo con el ejemplo de aplicación	2	1,02
	4	1,12
	7	1,06
Hoja de papel tratada de acuerdo con el ejemplo comparativo	1	1,02

5

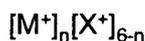
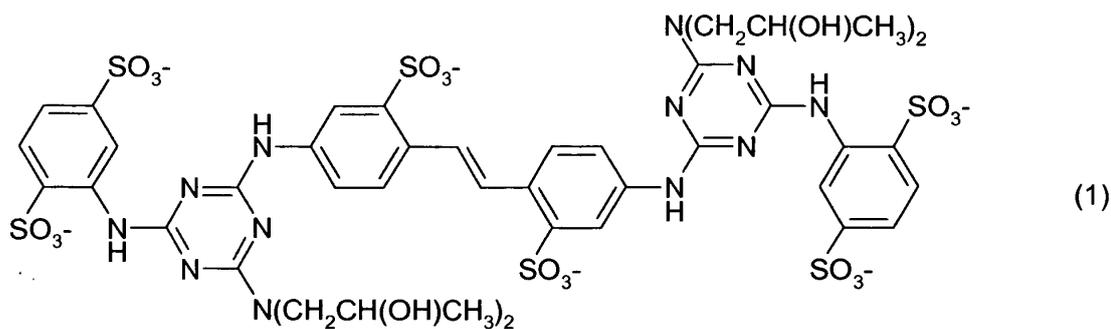
Densidad óptica = $\log_{10} 1/R$ en que R = reflectancia

Los resultados en la Tabla 2 demuestran que la composición de la invención no tiene efecto adverso alguno sobre la densidad de impresión de la tinta.

REIVINDICACIONES

1. Composición de encolado para el abrillantamiento óptico de sustratos para la impresión por chorro de tinta pigmentada, que comprende

- (a) al menos un aglutinante,
- (b) al menos una sal de metal divalente,
- (c) agua, y
- (d) al menos un abrillantador óptico de fórmula (1)



en que M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, un catión de metal alcalino, amonio, amonio que está mono-, di- o tri-sustituido con un radical alquilo C1-C4 lineal o ramificado, amonio que está mono-, di- o tri-sustituido con un radical hidroxialquilo C1-C4 lineal o ramificado, o mezclas de dichos compuestos y

n está en el intervalo de 0 a 6, caracterizada porque dicha sal o sales de metales divalentes se seleccionan del grupo que consiste en cloruro de calcio, cloruro de magnesio, bromuro de calcio, bromuro de magnesio, yoduro de calcio, yoduro de magnesio, nitrato de calcio, nitrato de magnesio, formiato de calcio, formiato de magnesio, acetato de calcio, acetato de magnesio, sulfato de calcio, sulfato de magnesio, tiosulfato de calcio o tiosulfato de magnesio, o mezclas de dichos compuestos.

2. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde

M y X son idénticos o diferentes e, independientemente uno de otro, se seleccionan del grupo que consiste en Na, K y trietanolamina, o mezclas de dichos compuestos y

n está en el intervalo de 0 a 6.

3. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las sales de metales divalentes son cloruro de calcio o cloruro de magnesio o mezclas de dichos compuestos.

4. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la concentración de sal de metal divalente en la composición de encolado oscila entre 5 y 50 g/l.

5. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la concentración del abrillantador óptico en la composición de encolado oscila entre 2 y 12 g/l.

6.- Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición de encolado contiene, adicionalmente, subproductos formados durante la preparación del abrillantador óptico, así como otros aditivos para el papel convencionales que son soportes, desespumantes, emulsiones de cera, colorantes, sales inorgánicas, coadyuvantes de solubilización, conservantes, agentes complejantes, agentes de encolado de la superficie, reticulantes, pigmentos o resinas especiales

7.- Composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición de encolado contiene adicionalmente poli(alcohol vinílico).

8.- Procedimiento para preparar una composición de encolado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la disolución de abrillantador óptico y la sal de metal divalente se añaden a una disolución acuosa

previamente formada del aglutinante a una temperatura entre 20°C y 90°C.

9.- Un sustrato de papel, que comprende una banda de fibras de celulosa; y

5 una composición de encolado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

10.- Procedimiento para preparar un papel abrillantado, caracterizado porque la superficie del papel se trata con una composición de encolado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

10 11.- Un procedimiento para proporcionar una imagen sobre un sustrato de papel, que comprende imprimir una imagen con una tinta, pigmento o tóner sobre un sustrato de papel que comprende una banda de fibras de celulosa y una composición de encolado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.