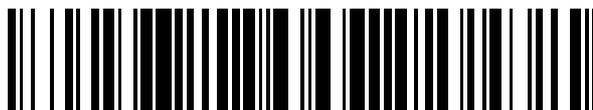


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 392 925**

51 Int. Cl.:

D21H 21/30 (2006.01)

C07D 251/00 (2006.01)

C09K 11/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09761745 .0**

96 Fecha de presentación: **10.06.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2304107**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.04.2011**

54

Título: **Composiciones de agentes blanqueadores fluorescentes**

30

Prioridad:

11.06.2008 EP 08010592

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:

17.12.2012

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:

17.12.2012

73

Titular/es:

**BLANKOPHOR GMBH & CO. KG (100.0%)
Schulstrasse 3
49577 Ankum, DE**

72

Inventor/es:

**HUNKE, BERNHARD;
KRAEMER, MICHAEL;
TAUBER, ANDREI y
KLUG, GÜNTER**

74

Agente/Representante:

FÀBREGA SABATÉ, Xavier

ES 2 392 925 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 de agentes blanqueadores fluorescentes.

5 La presente invención se refiere a composiciones de agentes blanqueadores fluorescentes que comprenden compuestos específicos bis-triazinilamino-estilbeno que contienen grupos taurina para blanquear el papel.

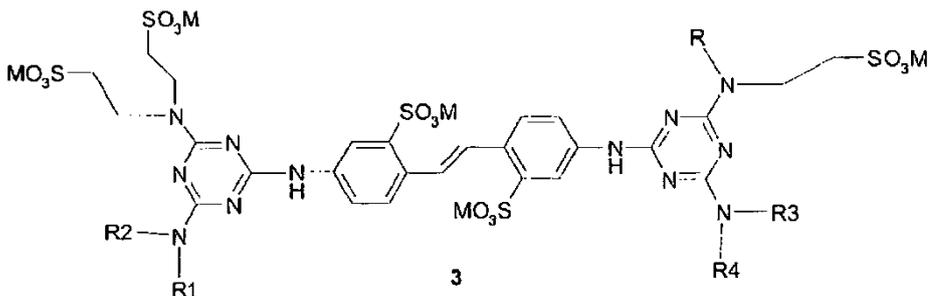
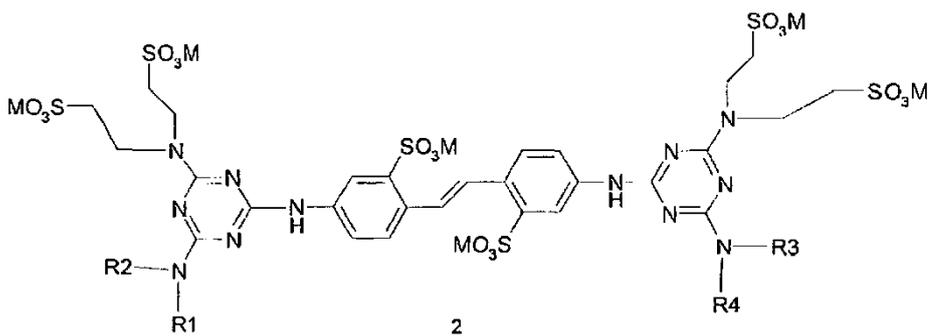
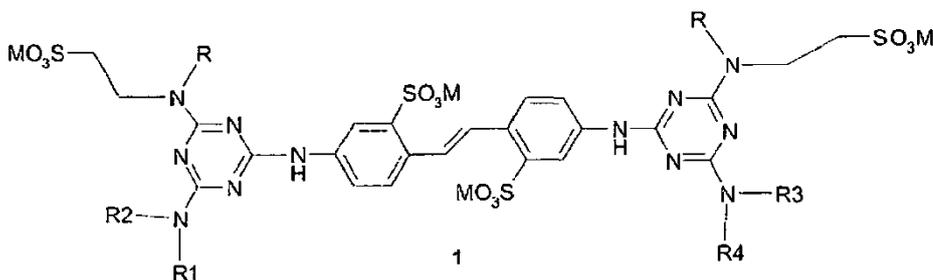
10 En la industria de fabricación de papel hay una tendencia continua hacia papeles con alta blancura. Blanquear papel se lleva a cabo usualmente mediante el uso de un agente de blanqueo fluorescente (FWA), ya sea antes de la formación de la hoja en la pasta de papel o después de la formación de hojas, en la prensa de encolado o por composiciones de recubrimiento. Una combinación de más de uno de dichos procesos es también posible.

15 WO 03/044275 A1 se refiere al uso de compuestos específicos de triazin laminoestilbeno que contienen halotriazina como abrillantadores ópticos. WO 2004/005617 A1 se dirige a mezclas de agentes blanqueadores fluorescentes definidos que contienen dos compuestos simétricos y un compuesto asimétrico.

20 Sorprendentemente, se ha encontrado que determinados compuestos de bis-triazinilamino-estilbeno que contienen grupos taurina cuando se usan para blanquear papel producen papel de blancura mejorada. En particular, esto también se aplica cuando dichos compuestos se usan en combinación con sales inorgánicas de cationes bivalentes, por ejemplo, cloruro de calcio. Tales sales se utilizan para mejorar el rendimiento de impresión, especialmente de impresiones de inyección de tinta, en la industria de producción de papel.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a una composición adecuada para abrillantar papel, en el que la composición contiene

25 (a) dos o tres agentes blanqueadores fluorescentes (FWA) de la fórmula (1), de la fórmula (2) y/o de la fórmula (3)

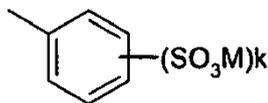


30 en el que

R representa independientemente hidrógeno, C₁-C₃ alquilo o C₁-C₃ hidroxialquilo;

R₁, R₂, R₃ y R₄ representan independientemente uno de otro, hidrógeno, ciano, C₁- C₄alquilo, C₂- C₄ hidroxialquilo, C₁- C₄ alcoxi, en el que alquilo es lineal o ramificado; o R₂ y R₁ o R₃ y R₄ independientemente uno de otro junto con átomo N forman morfolina, anillo de piperidina o pirrolidina, o -(CH₂)₁-SO₃M, donde l es 1, 2 ó 3, o

5



en el que los grupos -SO₃M pueden estar en posición *o*-, *m*-, o *p*-Posición y k es un número entero de 0 a 3, preferiblemente de 1 a 3; o -(CH₂)_i-COOR, -(CH₂)_i-CONHR, -(CH₂)_i-COR, donde i es un número entero de 1 a 4, R es C₁-C₃ alquilo o iguales a M; y

10

M representa hidrógeno, o un equivalente de un catión, en particular Li, Na, K, Ca, Mg, amonio, o amonio que está mono-, di-, tri- o tetra-sustituido por alquilo C₁- C₄ alquilo o C₂-C₄ hidroxialquilo.

La invención se refiere además a un proceso para blanquear papel, en el que una pulpa y/o una hoja de celulosa se pone en contacto con la composición definida anteriormente. Además, la invención se refiere a papel obtenible mediante este proceso. Además, la invención se refiere al uso de la composición definida anteriormente para blanquear papel. Las realizaciones preferidas de la invención se describen en la descripción (incluyendo los ejemplos), en adelante, las reivindicaciones y las figuras.

15

La figura 1 es un diagrama que muestra el rendimiento de blanqueo de diferentes agentes blanqueadores fluorescentes (FWA).

20

La figura 2 es un diagrama que muestra el rendimiento de blanqueo de diferentes agentes blanqueadores fluorescentes (FWA) en presencia de una sal de un catión bivalente.

En una realización preferida de la invención, la composición adecuada para abrillantar papel es un licor de prensa de encolado, y el proceso es un proceso para blanquear papel en la prensa de encolado, en el que una hoja de celulosa se pone en contacto con el licor de prensa de encolado.

25

En el contexto de esta invención, la prensa de encolado se entiende en el sentido de una unidad de aplicación a la superficie, preferiblemente de la máquina de papel, en el que se lleva la hoja de celulosa formada en contacto con un licor de prensa de encolado, y en el que la proporción del licor para ser absorbida por la hoja (absorción de licor) preferiblemente se puede ajustar por medio de la presión de los rodillos.

30

El reciente desarrollo de la prensa de encolado o de prensa de película, a saber, de la Speedsizer así como de la Symsizer así Gate-rollo, se entiende igualmente como cubierta por el término de prensa de encolada.

35

En otra forma de realización preferida de la invención, la composición adecuada para abrillantar papel es una composición de recubrimiento o mezcla de recubrimiento, y el proceso es un proceso para blanquear papel, en el que una hoja de celulosa se pone en contacto con la composición de recubrimiento o mezcla de recubrimiento.

40

En otra forma de realización preferida de la invención, la composición adecuada para abrillantar papel es una composición de extremo húmedo, y el proceso es un proceso para blanquear papel, en el que la suspensión de pulpa o pasta se pone en contacto con dicha composición.

45

Según la invención, la composición contiene dos o tres compuestos de bis-triazinilamino-estilbeno de la fórmula definida anteriormente (1), (2) y/o (3). En una realización preferida, R, R₁ y R₃ son hidrógeno, y R₂ y R₄ son ambos 2,5-disulfofenil. En otra realización preferida, R es metilo, R₁ y R₃ son hidrógeno, y R₂ y R₄ son ambos 2,5-disulfofenil.

Las realizaciones preferidas de M son hidrógeno, Na, K, Ca, Mg, en particular, M es Na o K, lo más preferido es Na.

50

Los agentes blanqueadores fluorescentes de la fórmula (1), fórmula (2) y fórmula (3) se puede producir análogamente a métodos conocidos en la técnica. Por ejemplo, los agentes blanqueadores fluorescentes se pueden preparar por reacción de cloruro cianúrico con una o un compuesto o derivado de amina anilina, ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico o una sal del mismo, y un compuesto de taurina o mezcla de compuestos taurina/ditaurine. Alternativamente, los compuestos de la fórmula (1), fórmula (2) y fórmula (3) podrían ser también

preparados separadamente por métodos conocidos en la técnica y mezclarse conjuntamente después de la preparación. Los procedimientos adecuados se describen en los ejemplos a continuación. Agentes blanqueadores fluorescentes de la fórmula (1), en el que R es hidrógeno o metilo, son conocidos a partir de los ejemplos de WO 03/044275 A1.

5

La composición de la invención contiene dos o tres agentes blanqueadores fluorescentes de la fórmula (1), fórmula (2) y/o fórmula (3). Generalmente, la composición de la invención puede comprender una de las siguientes realizaciones:

10

- agentes blanqueadores fluorescentes de las fórmulas (1) y (2);
- agentes blanqueadores fluorescentes de las fórmulas (1) y (3);
- agentes blanqueadores fluorescentes de fórmulas (2) y (3), o
- agentes blanqueadores fluorescentes de las fórmulas (1), (2) y (3).

15

Más preferiblemente, la composición contiene los agentes blanqueadores fluorescentes de las fórmulas (1), (2) y (3). La composición puede contener uno o más de cada uno de un agente blanqueador fluorescente de las fórmulas (1), (2) y/o (3). Además, la composición puede contener uno o más conocidos agentes blanqueadores fluorescentes basados en bis-triazinilamino-estilbeno o distiril-bifenilo.

20

La composición de la invención contiene preferentemente el agente blanqueador fluorescente de la fórmula (1) en una cantidad de 0 a 99% en peso, preferiblemente de 20 a 95% en peso, más preferiblemente 50 a 95% en peso, el agente de blanqueo fluorescente de la fórmula (2) en una cantidad de 0 a 90% en peso, preferiblemente de 0,1 a 60% en peso, más preferiblemente de 1 a 30% en peso, y el agente blanqueador fluorescente de la fórmula (3) en una cantidad de 0,1 a 50% en peso, preferiblemente de 0,1 a 30% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 20% en peso; en cada caso sobre la base de 100% en peso del componente (a). En otra forma de realización preferida de la invención, la composición contiene el agente de blanqueo fluorescente de la fórmula (1) en una cantidad de 0 a 99% en peso, el agente blanqueador fluorescente de la fórmula (2) en una cantidad de 0 a 90% en peso, y el agente blanqueador fluorescente de la fórmula (3) en una cantidad de 0 a 50% en peso; en cada caso basado en 100% en peso del componente (a).

25

30

La composición de la invención puede ser utilizado en cualquier forma disponible comercialmente, por ejemplo como polvos o gránulos, que pueden disolverse en agua, o puede ser utilizado en forma de una preparación acuosa, una solución acuosa, o una dispersión acuosa, o una preparación acuosa directamente desde la producción. En unas realizaciones preferidas, la composición es una preparación acuosa. En una realización preferida adicional, la composición de la invención contiene como componente (b) agua, preferiblemente en una cantidad de 40 a 99% en peso, preferiblemente 60 a 97% en peso, más preferiblemente de 70 a 95% en peso, en cada uno caso basado en 100% en peso de la composición.

35

40

Dependiendo de su uso, la composición de la invención puede contener vehículos, agentes de encolado, una sal de un catión bivalente, y además, en cantidades relativamente pequeñas, por lo general en cantidades de menos de 10% en peso, otros productos auxiliares, tales como, por ejemplo, dispersantes, espesantes, anticongelantes, conservantes, agentes complejantes, etc, o subproductos orgánicos de la síntesis de agente blanqueador fluorescente que no se habían eliminado completamente en la elaboración final, pueden estar contenidos en la composición de la invención. En una forma de realización preferida de la invención, la composición es un licor de prensa de encolado que contiene el agente blanqueador fluorescente como se ha definido anteriormente (componente (a)), el agua (componente (b)), y al menos un vehículo y/o agente de encolado. En otra forma de realización preferida de la invención, la composición es una composición de recubrimiento o emulsión de recubrimiento que contiene el agente blanqueador fluorescente como se ha definido anteriormente (componente (a)), el agua (componente (b)), al menos un aglutinante y/o pigmento y, opcionalmente, al menos un vehículo y/o coaglutinante.

45

50

Los vehículos adecuados son los compuestos conocidos en la técnica que son adecuados como vehículo, en particular, vehículos adecuados para los licores de prensa de encolado o composiciones de recubrimiento. Los vehículos preferidos son la carboximetilcelulosa (CMC), alcohol polivinílico (PVA), almidón o mezclas de los mismos, con almidón siendo particularmente preferido. Sustancias de vehículo adecuados son, por ejemplo, polímeros hidrófilos que tienen la capacidad de formar enlaces de puente de hidrógeno. Las sustancias preferidas de vehículo son almidón, alcoholes polivinílicos, carboximetilcelulosas y glicoles de polietileno que tienen un número promedio de peso molecular de 200 a 8000 g/mol, así como cualquier mezcla de estas sustancias, siendo posible que estos polímeros son opcionalmente modificados. Alcoholes de polivinilo preferidos son aquellos que tienen un grado de hidrólisis >85%, carboximetilcelulosas preferidas son aquellas que tienen un grado de sustitución DS >0,5. Polietilenglicoles que tienen un número promedio de peso molecular Mn de 200 a 8000 g/mol son particularmente preferidos. Los almidones adecuados se basan por ejemplo, pero no exclusivamente, en almidón de patata, almidón de arroz, almidón de trigo, almidón de maíz o almidón de tapioca. En particular, los almidones cuyos pesos moleculares se han reducido ya por la degradación parcial y/o que han sido obtenidos por derivatización se usan

55

60

preferiblemente en vez de los almidones naturales. Además, los almidones para que ambas etapas de modificación se han combinado, es decir, que han sido parcialmente degradado y derivatizados adicionalmente, son adecuados. Los procedimientos típicos para la degradación del almidón son, por ejemplo, enzimática, tratamiento oxidante, térmica o hidrolítica. Ejemplos de derivados de almidón adecuados son hidroxietil almidón o almidón catiónico.

5 Agentes de encolado adecuados son dímeros de cetena de alquenoil, dímero de ceteno de alquil (AKD), anhídrido alquenoil succínico (ASA), cola de colofonia, copolímeros de estireno anhídrido maleico, acrilato de estireno, estireno copolímeros de ácido acrílico, copolímeros de poliuretano o de etileno y ácido acrílico, u otros productos químicos para papel comunes, tales como copolímeros de acrilato-estirilo, látex, pigmentos, antiespumantes, o sales, tales como NaCl o NaHCO₃, o mezclas de dos o más de los mismos. Si se utilizan agentes de encolado, se utilizan en cantidades de 0 a 5, en particular 0 a 4, más preferiblemente de 0 a 3, en cada caso % en peso basado en 100% en peso de la composición.

15 Las mezclas de recubrimiento o composiciones de recubrimiento a ser brillantadas de acuerdo con la invención contienen, como aglutinante de látex, por ejemplo redes a base de estireno/butadieno, estireno/acrilato o acetato de vinilo. Estos polímeros pueden ser modificados opcionalmente por otros monómeros, tales como acrilonitrilo, acrilamida, ácidos carboxílicos α , β -insaturados, tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico o ácido maleico, acrilatos, ésteres de vinilo, etileno, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, etc. En general, sin embargo, todos los aglutinantes de látex habituales que se utilizan para la preparación de mezclas de recubrimiento de papel o las composiciones de recubrimiento son adecuadas. Las mezclas de recubrimiento o composiciones de recubrimiento pueden contener como co-aglutinantes sintéticos diferentes de los citados, por ejemplo, carboximetilcelulosa, hidroxilalquilcelulosa y/o alcohol de polivinilo y espesantes sintéticos a base de acrilato.

20 Aglutinantes de látex preferidos son aquellos basados en estireno/butadieno. Sintéticos co-aglutinantes preferidos son alcoholes polivinílicos, en particular aquellos que tienen un grado de hidrólisis >85%, y en particular una viscosidad Brookfield de 2 a 80 mPas (medida en una solución al 4% en agua a 20 °C), carboximetilcelulosas, en particular aquellos que tienen un grado de sustitución >0,5, y en particular una viscosidad Brookfield de aproximadamente 5 a aproximadamente 5000 mPas (medida en una solución al 2% en agua a 20 °C) y las mezclas de estas dos sustancias.

30 Las mezclas de recubrimiento o composiciones de recubrimiento a ser brillantado de acuerdo con la invención preferiblemente contienen además pigmentos blancos.

35 Pigmentos blancos habitualmente utilizados son carbonato de calcio en forma natural o precipitado, caolín, talco, dióxido de titanio, blanco satén, hidróxido de aluminio y sulfato de bario, a menudo también en forma de mezcla.

40 Las sales adecuadas de un catión bivalente comprenden cationes bivalentes, preferiblemente cationes de un metal alcalinotérreo, en particular calcio o magnesio. Preferentemente, los contraiones de los cationes bivalentes son aniones mono o polivalentes, en particular, haluro, sulfato, hidrosulfato, fosfato, hydrophosphate, dihydrophosphate, carbonato, hidrogenocarbonato, nitrato, acetato, o una mezcla de los mismos, preferiblemente cloruro o sulfato, más preferiblemente cloruro. Una sal preferida es el cloruro de calcio, cloruro de magnesio, sulfato de magnesio, o una mezcla de los mismos; más preferido es el cloruro de calcio, cloruro de magnesio, o una mezcla de los mismos; más preferido es cloruro de calcio.

45 La producción de la composición puede efectuarse por procedimientos conocidos y se efectúa preferiblemente por combinación de una solución acuosa del agente blanqueador fluorescente utilizado como componente (a), que preferiblemente tiene un valor de pH adecuado, con los otros componentes, tales como sustancias de vehículo, agentes de encolado aglutinantes, pigmentos, sales o agentes de normalización.

50 El proceso de la invención para blanquear papel se lleva a cabo de acuerdo con procedimientos conocidos, preferiblemente usando una prensa de encolado o recubrimiento, y está sujeto a ninguna restricción. El papel utilizado no es crítico y puede ser cualquier pasta o de hoja de celulosa.

55 Papel obtenido por el procedimiento de la invención presenta una blancura mejorada, y, en caso de que una sal de un catión bivalente se utiliza, es adecuado en particular para aplicaciones de impresión de inyección de tinta.

60 La blancura de los papeles producidos se puede caracterizar por la blancura CIE. Diferentes agentes blanqueadores fluorescentes se pueden comparar entre sí con respecto al comportamiento de saturación cuando se determina de acuerdo con la blancura CIE. En otras palabras, si una mayor cantidad de agente blanqueador fluorescente se utiliza y ningún aumento adicional en la blancura se determina, hay un comportamiento de saturación y puede incluso haber efectos adversos sobre la blancura cuando se usan cantidades mayores. El efecto de saturación se denomina también como enverdecimiento. El límite de enverdecimiento, es decir, el punto en el que cantidades crecientes de agente blanqueador fluorescente utilizado resultan en prácticamente ningún aumento adicional en la blancura, se puede derivar, por ejemplo, de la a*-b* diagrama, donde a* y b* son las coordenadas de color en el sistema CIE-L* a* b*.

65

La invención también se refiere al uso de la composición de la invención para blanquear papel, en el que se utiliza una composición como se definió anteriormente.

- 5 Los siguientes ejemplos ilustran la invención y demuestran realizaciones preferidas, sin limitar el alcance de la protección.

EJEMPLOS

Ejemplo 1 (Comparación)

Etapa 1: Reacción de cloruro cianúrico con ácido dimetanílico

- 10 Un matraz de dos litros equipado con un agitador, electrodo de pH, termómetro y condensador se cargó con 600 ml de agua a 8 °C, y 100 g (0,54 mol) de cloruro cianúrico. Después que el pH se redujo a 4,5, se añaden 592 g (0,56 mol) de una solución de ácido dimetanílico al 25% p/p en 45 minutos. El pH se mantiene a 2,3 mediante la adición simultánea de solución de hidróxido de sodio al 10% mientras se calienta la mezcla hasta 12 °C. Después de la adición de solución de ácido dimetanílico la mezcla se agita durante 3 horas a 12 °C y pH 2,3. Después de este tiempo la temperatura se aumenta a 30 °C y la reacción se completa, mientras que el pH se mantiene a 5,2 por adición de solución de hidróxido de sodio al 10%.

Etapa 2: La reacción de la etapa intermedia 1 ácido con 4,4'-diamino-2,2'-disulfónico

- 20 A una solución que contiene 112,2 g (0,27 mol) de sal disódica de ácido 4,4'-diamino-2,2'-disulfónico, 835 g de agua y 222 g de solución acuosa al 10% de arco de carbonato de sodio se añade a la solución de etapa 1. El pH de la solución se mantuvo constante durante la adición (pH = 5,2) mientras que la temperatura se aumentó gradualmente hasta 65 °C. La solución se agitó a 65 °C y pH 5,2 hasta que la adición de la solución de ácido 4,4'-diamino-2,2'-disulfónico está terminado.

Etapa 3: La reacción de la etapa intermedia 2 con taurina (1), (R, R₁, R₃ = H; R₂, R₄ = C₆H₃(SO₃Na)₂)

- 25 67,8 g (0,54 moles) de taurina como solución acuosa al 20% se añaden a la solución de la etapa 2 durante 20 minutos. El pH se mantiene constante a 8 mediante la adición simultánea de solución de hidróxido de sodio al 10% mientras se calienta la mezcla hasta 100 °C. La mezcla de reacción se agitó a aproximadamente 100 °C y pH 8 durante 3 horas adicionales. La solución resultante se enfría a aproximadamente 50 °C y se clarifica mediante filtración para dar la solución del compuesto de fórmula 1,371 g (87,3%).

Ejemplo 2 (R, R₁, R₃ = H; R₂, R₄ = C₆H₃(SO₃Na)₂)

- 30 67,8 g (0,54 moles) de mezcla de taurina/ditaurina (5/1 p/p) en forma de solución en agua al 20% se añaden a la solución de la etapa 2 del Ejemplo 1 durante 20 minutos. El pH se mantiene constante a 8 mediante la adición simultánea de solución de hidróxido de sodio al 10% mientras se calienta la mezcla hasta 100 °C. La mezcla de reacción se agitó a aproximadamente 100 °C y pH 8 durante 3 horas adicionales. La solución resultante se enfría a aproximadamente 50 °C y se clarifica por filtración para producir la solución de mezcla de 1 (78,7%), 2 (4,8%) y 3 (16,5%) con un rendimiento global de 362 g (85,2%).

Ejemplo 3 (R, R₁, R₃ = H; R₂, R₄ = C₆H₃(SO₃Na)₂)

- 40 Solución de la etapa 2 del Ejemplo 1 se calentó hasta 60 °C, a continuación, 67,8 g (0,54 moles) de mezcla de taurina/ditaurina (5/1 p/p) en forma de solución de agua al 20% se añadieron gota a gota en 1 hora. El pH se mantiene constante a 8 mediante la adición simultánea de solución de hidróxido de sodio al 10% mientras se calienta la mezcla hasta 100 °C. La mezcla de reacción se agitó a aproximadamente 100 °C y pH 8 durante 3 horas adicionales. La solución resultante se enfría a aproximadamente 50 °C y se clarifica por filtración para producir la solución de mezcla de 1 (84%), 2 (5,1%) y 3 (10,9%) con un rendimiento global de 354 g (83,3%).

FWA Comparativo 1 (R = CH₃; R₁, R₃ = H; R₂, R₄ = C₆H₃(SO₃Na)₂)

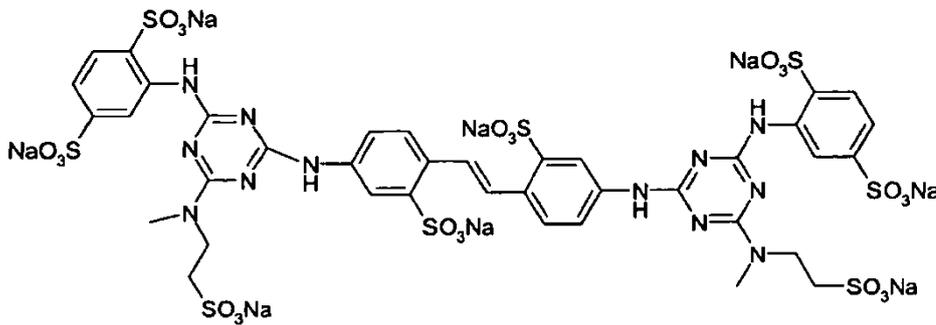
- 45 74,5 g (0,54 mol) de *N*-Me taurina se añaden a la solución de la etapa 2 del Ejemplo 1 durante 20 minutos. El pH se mantiene constante a 8 mediante la adición simultánea de solución de hidróxido de sodio al 10% mientras se calienta la mezcla hasta 100 °C. La mezcla de reacción se agitó a aproximadamente 100 °C y pH 8 durante 3 horas

adicionales. La solución resultante se enfría a aproximadamente 50 °C y se clarifica mediante filtración para dar la solución del compuesto de la fórmula 1, 383 g (88.7.3%).

5 Los siguientes agentes blanqueadores fluorescentes y mezclas se obtuvieron, en la que M significa siempre sodio y en el que estándar FWA significa FWA 1 Comparativo. Blankophor UWS como se muestra a continuación se utiliza en los ejemplos siguientes como FWA 2 Comparativo para propósitos de comparación.

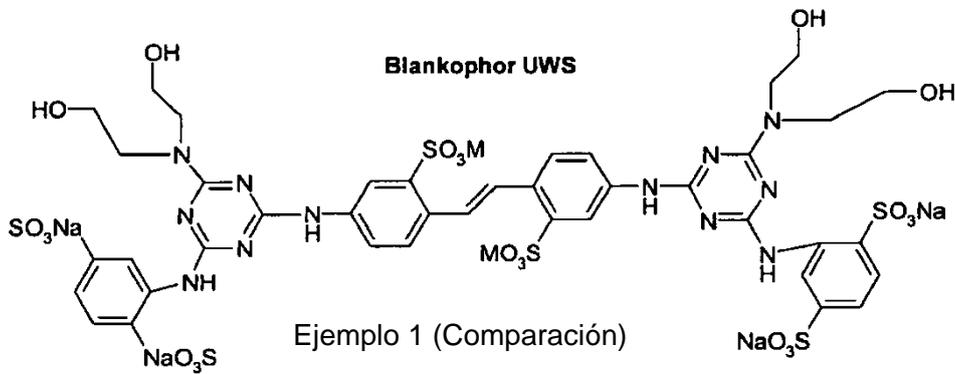
Estandar FWA

10

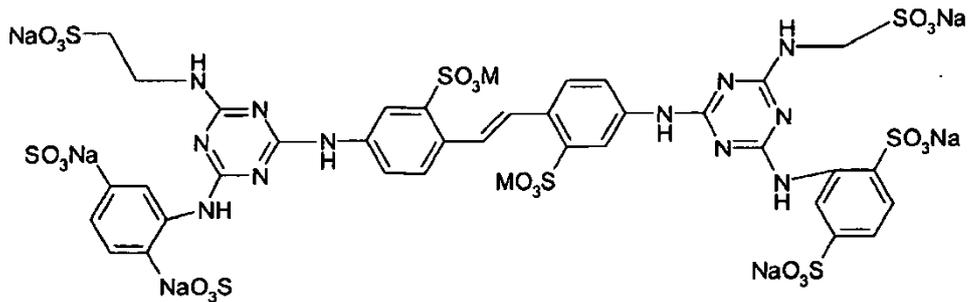


15

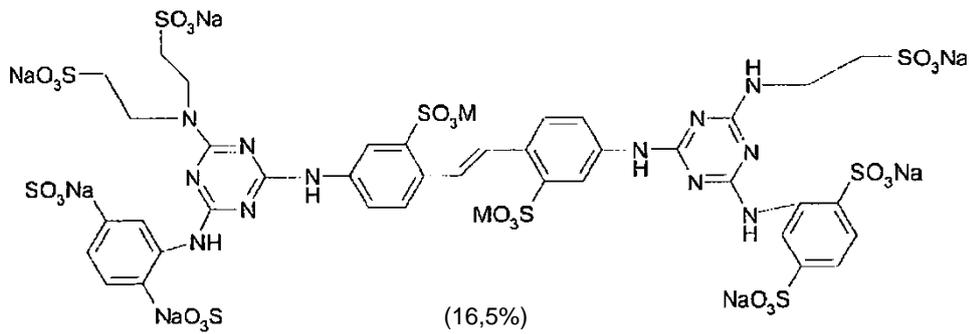
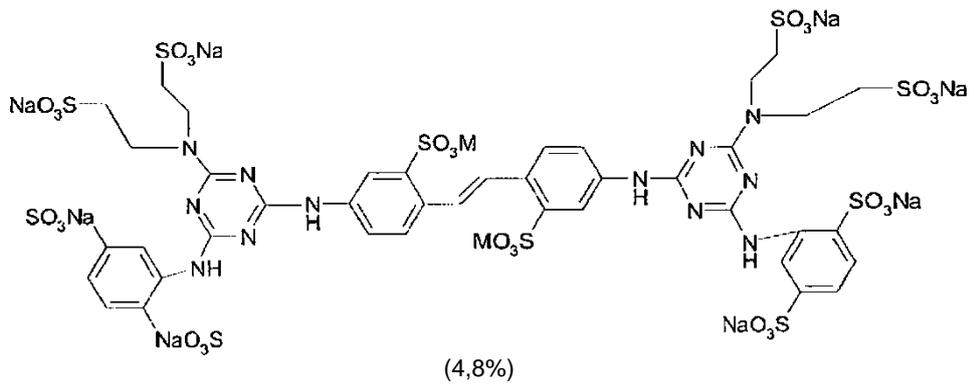
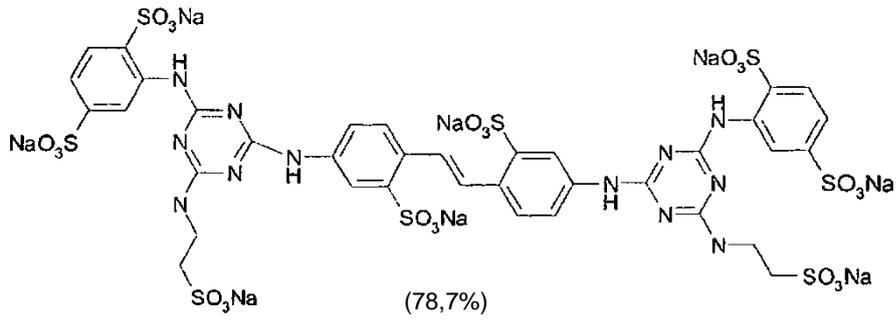
20



Example 1 (Comparison)

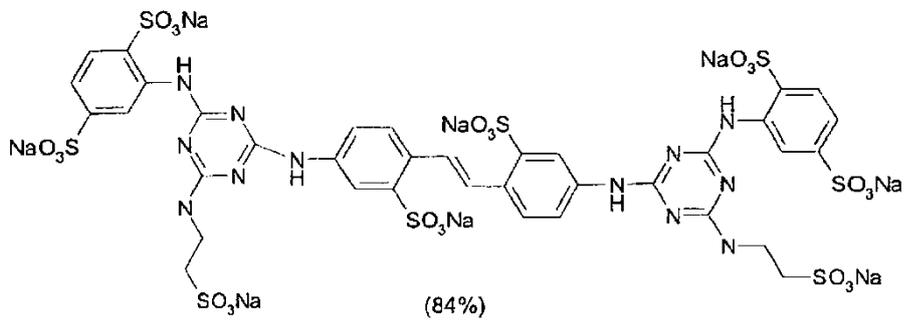


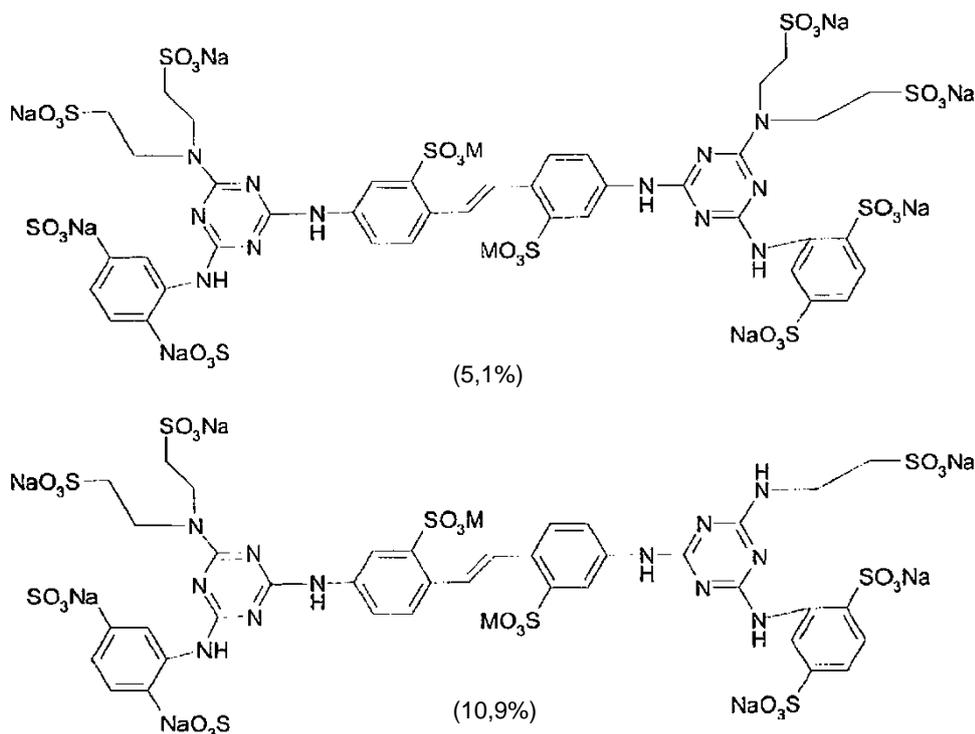
Ejemplo 2



5

Ejemplo 3





5 Estos agentes blanqueadores fluorescentes y las mezclas se utilizaron en los siguientes ejemplos de aplicación.

Ejemplo de aplicación 1

El rendimiento de blanqueo de diferentes agentes blanqueadores fluorescentes se estudió utilizando el siguiente procedimiento de prueba para la aplicación de prensado de encolado/película.

10 Una solución de almidón al 15% de almidón de patata neutral (Perfectamyl 4692) se preparó. Las pruebas se realizaron en una solución de almidón al 10%. Las cantidades (calculado sobre el papel seco) de agente blanqueador fluorescente fueron entre 0,1 a 0,5%, aplicado sobre papel. 1,6 g/m² de almidón seco se aplicó sobre un papel de base de 80 g/m², que era un papel de máquina, encolado y ligeramente blanqueado con agente blanqueador fluorescente.

15 En primer lugar el agente blanqueador fluorescente se pesó en un vaso, y 13,33 g de solución de almidón se añadió. Después la solución se llenó con agua a 20 g, de modo que las pruebas se realizaron en una solución de almidón al 10%. Después de agitar durante un corto período de tiempo, la solución, se aplicó a un lado del papel base mediante un recubridor de laboratorio semiautomático con un Rakel (nº 0), que debe simular una aplicación de prensa de película. Después de estirar el papel se secó directamente sobre un cilindro de secado a aproximadamente 100 °C.

20 Después de climatización durante la noche el lado de los papeles preparados se midieron con un espectrómetro Datacolor (ISO2469) mediante la determinación de CIE L*, a* y b*, la fuente de luz utilizada basado en la norma ISO2469.

25 Las cantidades usadas de agente blanqueador fluorescente por 100 g preparación de almidón eran entre 0,28 y 1,12%, como se indica en la Tabla 1.

Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 1 y también se muestra en la figura 1.

30 Tabla 1

FWA	Cantidad (% en peso) de FWA en la preparación de almidón	Blancura CIE	L*	a*	b*
Ejemplo 1 (Comparación)	0,28	128,05	94,10	2,30	-9,38
	0,56	135,11	94,30	2,51	-10,88
	0,84	138,16	94,37	2,54	-11,53

FWA	Cantidad (% en peso) de FWA en la preparación de almidón	Blancura CIE	L*	a*	b*
	1,12	139,47	94,43	2,43	-11,79
Ejemplo 2	0,28	128,86	94,09	2,48	-9,58
	0,56	135,69	94,30	2,71	-11,01
	0,84	139,00	94,37	2,74	-11,72
	1,12	141,03	94,47	2,71	-12,13
Ejemplo 3	0,28	127,53	94,04	2,37	-9,30
	0,56	135,66	94,23	2,72	-11,03
	0,84	139,13	94,39	2,75	-11,74
	1,12	140,95	94,42	2,73	-12,14
FWA 1Comparativo	0,28	126,86	94,03	2,31	-9,16
	0,56	133,79	94,22	2,56	-10,62
	0,84	137,19	94,31	2,62	-11,34
	1,12	139,78	94,35	2,61	-11,90
FWA 2 Comparativo	0,28	126,99	93,99	2,19	-9,20
	0,56	133,19	94,2	2,32	-10,49
	0,84	135,91	94,40	2,23	-11,01
	1,12	136,80	94,48	2,05	-11,17

Ejemplo de aplicación 2

El rendimiento de blanqueo de diferentes agentes blanqueadores fluorescentes se estudió en presencia de cloruro de calcio.

- 5 El procedimiento de ensayo fue el mismo que en el Ejemplo de Aplicación 1, excepto que el cloruro de calcio se añadió tal como sigue. Una solución de cloruro de calcio al 50% se preparó. La cantidad de cloruro de calcio fue de 0,8%, aplicado sobre papel. Después de pesar el agente blanqueador fluorescente en un vaso y añadir 13,33 g de la solución de almidón al 15%, la solución de cloruro cálcico se pesó, y la solución se llenó con agua a 20 g.
- 10 Las cantidades usadas de agente blanqueador fluorescente por 100 g de preparación de almidón eran entre 0,24 y 0,73%, como se indica en la Tabla 2.

Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 2 y también se muestran en la figura 2.

15 Tabla 2

FWA	Cantidad (% en peso) de FWA en la preparación de almidón	Blancura CIE	L*	a*	b*
Ejemplo 1 (Comparación)	0,24	128,19	93,95	2,22	-9,48
	0,49	134,24	94,18	2,28	-10,73
	0,73	136,44	94,34	2,16	-11,15
Ejemplo 2	0,24	129,69	94,01	2,17	-9,34
	0,49	135,68	94,21	2,24	-10,59
	0,73	138,27	94,34	2,15	-11,11
Ejemplo 3	0,24	129,00	94,05	1,99	-9,07
	0,49	135,24	94,24	2,02	-10,31
	0,73	137,08	94,32	2,01	-10,91
FWA 1Comparativo	0,24	127,31	93,99	2,05	-9,26
	0,49	133,51	94,17	2,12	-10,57

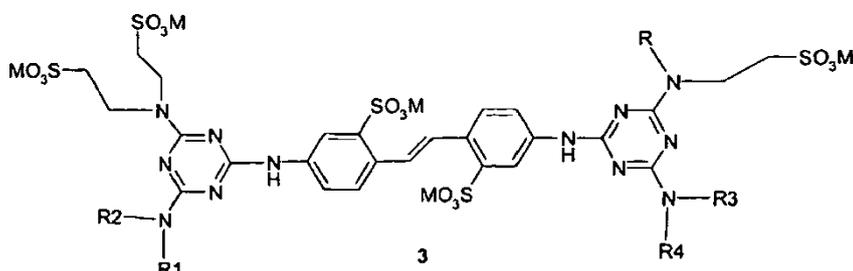
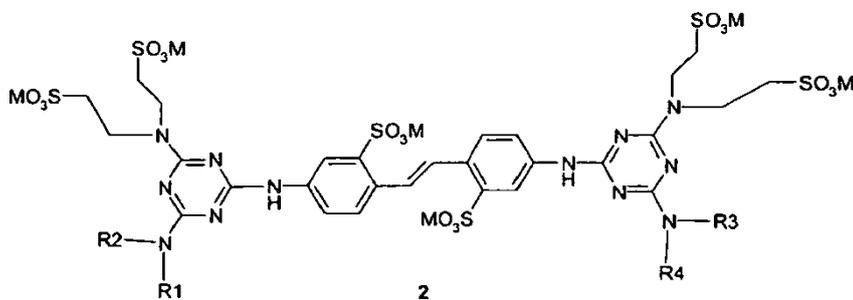
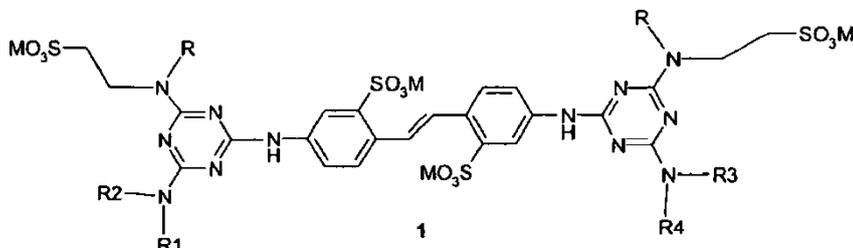
ES 2 392 925 T3

FWA	Cantidad (% en peso) de FWA en la preparación de almidón	Blancura CIE	L*	a*	b*
	0,73	133,93	94,33	2,03	-10,59

REIVINDICACIONES

1. Una composición adecuada para blanquear papel, en el que la composición contiene

(A) dos o tres agentes blanqueadores fluorescentes de la fórmula (1), fórmula (2), y / o la fórmula (3)

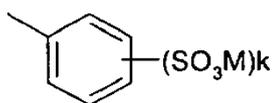


en el que

10 R representa independientemente hidrógeno, C₁-C₃ alquilo o C₁-C₃ hidroxialquilo;

R₁, R₂, R₃ y R₄ representan independientemente uno de otro, hidrógeno, ciano, C₁- C₄ alquilo, C₂- C₄ hidroxialquilo, C₁- C₄ alcoxi, en el que alquilo es lineal o ramificado; o R₂ y R₁ o R₃ y R₄ independientemente uno de otro junto con el átomo N forman anillo de morfolina piperidina o pirrolidina; o - (CH₂)₁-SO₃M,

donde 1 es 1, 2 ó 3, o



15 en el que los grupo -SO₃ M pueden estar en posición ortho, meta o para y k es un número entero de 0 a 3; o - (CH₂)_i-COOR, - (CH₂)_i-CONHR, - (CH₂)_i-COR, donde i es un número entero de 1 a 4, R es C₁-C₃ alquilo o igual a M; y

M representa hidrógeno, o un equivalente de un catión, en particular Li, Na, K, Ca,

20 Mg, amonio o amonio que está mono-, di-, tri- o tetra-sustituido por alquilo C₁- C₄ alquilo o C₂- C₄ hidroxialquilo.

ES 2 392 925 T3

2. La composición de la reivindicación 1, en el que R, R₁ y R₃ son hidrógeno, y R₂ y R₄ son ambos 2,5-disulfofenil.
- 5 3. La composición de la reivindicación 1, en el que R es metilo, R₁ y R₃ son hidrógeno, y R₂ y R₄ son ambos 2,5-disulfofenil.
4. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que M es Na o K.
- 10 5. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la composición contiene los agentes blanqueadores fluorescentes de las fórmulas (1), (2) y (3).
- 15 6. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la composición contiene el agente blanqueador fluorescente de fórmula (1) en una cantidad de 20 a 95% en peso, el agente blanqueador fluorescente de fórmula (2) en una cantidad de 0,1 a 60 % peso, y el agente blanqueador fluorescente de fórmula (3) en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, en cada caso basado en 100% en peso del componente (a).
- 20 7. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la composición es una preparación acuosa.
8. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la composición es un licor de prensa de encolado.
- 25 9. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la composición es una composición de recubrimiento o mezcla de recubrimiento.
10. La composición de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la composición contiene una sal de un catión bivalente.
- 30 11. Un proceso para blanquear papel, en el que una suspensión de pulpa o pasta es puesto en contacto con una composición como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 y 10.
- 35 12. Un proceso para blanquear papel, en el que una hoja de celulosa es puesto en contacto con una composición como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
13. El proceso de la reivindicación 12, en el que la puesta en contacto con una hoja de celulosa se lleva a cabo en una prensa de encolado o por recubrimiento.
- 40 14. Un papel obtenible mediante el proceso según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13.
15. Uso de una composición como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 para blanquear papel.

Fig. 1

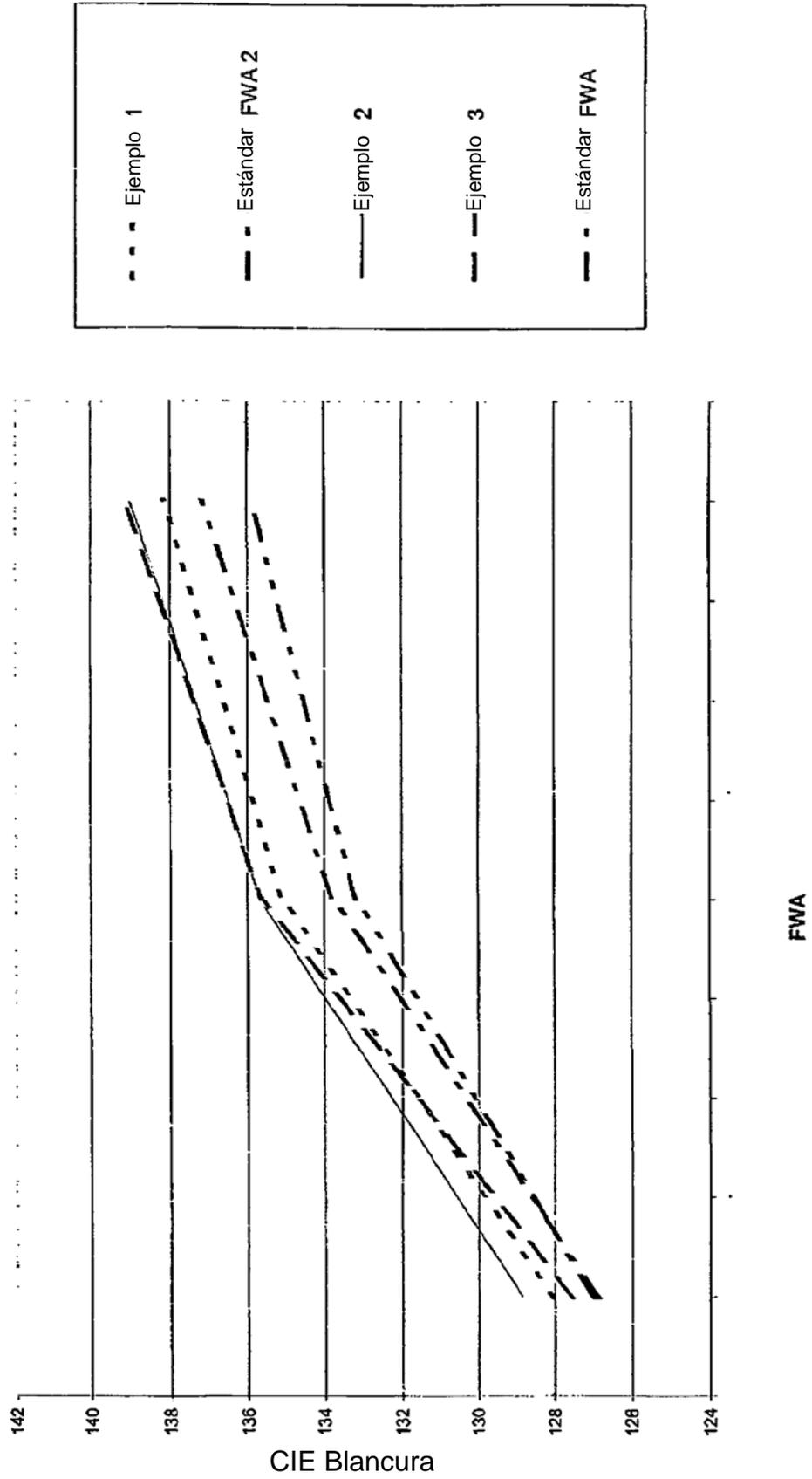


Fig. 2

