

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 443 294**

51 Int. Cl.:

C08G 73/02 (2006.01)

C08G 69/00 (2006.01)

D21H 21/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.11.2009 E 09756908 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2014 EP 2358789**

54 Título: **Poli(aminoaminas) modificadas hidrófobamente**

30 Prioridad:

18.11.2008 US 115766 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.02.2014

73 Titular/es:

**HERCULES INCORPORATED (100.0%)
Hercules Plaza 1313 N. Market Street
Wilmington, DE 19894-0001, US**

72 Inventor/es:

**GU, QU-MING;
LOBO, LLOYD A.;
DOHERTY, ERIN A. S. y
CHENG, HUAI N.**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 443 294 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

Poli(aminoaminas) modificadas hidrófobamente.

5 Campo de la invención

Esta invención se refiere a polímeros basados en poli(aminoamidas) solubles en agua que tienen grupos amina sustituidos con grupos funcionales hidrófobos y que son útiles como agentes de control de contaminantes para la reducción de adherencias "stickies" y brea "pitch", y procesos para la fabricación de tales polímeros, y composiciones que comprenden dichos polímeros.

Antecedentes de la invención

Los contaminantes orgánicos son un problema importante en la industria de fabricación de pasta y papel. Estos contaminantes se acumulan durante el proceso de fabricación de papel y se depositan tanto en la maquinaria de procesamiento como en los productos de papel finales. Estos depósitos ensucian el equipo, reducen la eficacia del proceso, disminuyen la calidad del producto final, y aumentan los costes de mantenimiento de los equipos, incluyendo el aumento de los costes debidos al tiempo de inactividad de las máquinas, y reducen la productividad. Cada vez más, la práctica de la industria es la utilización de sistemas de molinos de agua cerrados y fibra de madera reciclada, ambos los cuales incrementan la concentración de contaminantes en el sistema.

Los contaminantes orgánicos, tales como la brea y las adherencias hidrófobas, pueden provenir de fuentes de pulpa virgen o reciclada. Los contaminantes de pulpa virgen incluyen los componentes adherentes de origen natural de resinas de madera. Algunas resinas de madera hidrolizadas generan ácidos grasos que interactúan con el calcio presente en el agua para formar jabones de calcio que son una fuente principal de depósitos orgánicos. Los contaminantes de pasta reciclada provienen de contaminantes en el agua de elaboración reciclada y de diversas fuentes en la pasta de madera reciclada, incluyendo, adhesivos de látex de estireno-butadieno y poli(acetato de vinilo) de revestimientos de papel, adhesivos a base de uretano, polietileno de películas plásticas, y la cera de adhesivos de fusión en caliente. El dímero de alquilceteno hidrolizado y el anhídrido alqueniilsuccínico también pueden causar depósitos. La mayoría de los materiales adherentes que forman los depósitos son de naturaleza hidrófoba y son aniónicos o no iónicos.

La dispersión y estabilización de las partículas adherentes utilizando dispersantes es una técnica de tratamiento común que se utiliza para eliminar los contaminantes en el procedimiento de fabricación de papel. Los dispersantes tales como talco, arcilla de caolín, dispersantes aniónicos, y poli(alcohol vinílico) no iónicos se utilizan comúnmente en la industria (Patente de los Estados Unidos Núm. 4.871.424). También se utilizan ampliamente tensioactivos, polímeros aniónicos, y combinaciones de copolímeros hidrófobos y aniónicos para prevenir depósitos de jabón de calcio (James P. Casey Pulp and Paper, vol. II, 2ª ed., págs. 1096-7). Las técnicas anteriores utilizadas para los tratamientos de las adherencias incluyen el uso de disolventes orgánicos, tales como propano, dioxinas, compuestos orgánicos clorados, y dióxido de carbono supercrítico, para dispersar y extraer las adherencias de la pasta de madera (Patente de los Estados Unidos Núm. 6.183.521).

Los dispersantes convencionales pueden ser ineficaces en los sistemas de molinos agua del cerrados a causa de la acumulación de contaminantes en el agua que requiere un proceso de apagado de la máquina para limpiar la maquinaria y el molino de agua. Los polímeros y copolímeros catiónicos, solos o combinados, afrontan este problema mediante la fijación de los contaminantes aniónicos sobre fibras de pasta. Se han descrito varios polímeros catiónicos. Por ejemplo, los polímeros y copolímeros de cloruro de polidialildimetilamonio (poliDADMAC) se utilizan a menudo comercialmente. La patente de los Estados Unidos Núm. 5.393.380 describe una mezcla de copolímero de poli(DADMAC) de cloruro de polidialildimetilamonio y ácido 3-acrilamido-3-metilbutanoico utilizado para el control de contaminantes. La Patente de Canadá Núm. 1.150.914 describe un grupo de polímeros de control de contaminantes catiónicos formados por reacción de epíclorhidrina y dimetilamina.

Los polímeros catiónicos se pueden combinar con otros polímeros o productos químicos para los usos en el procedimiento de fabricación de papel. Las Patentes de los Estados Unidos Núms. 3.893.885 y 4.250.299 describen un método de combinación de polietilenimina de bajo peso molecular (PEI) con diferentes polímeros catiónicos para el control de contaminantes. La Patente de los Estados Unidos Núm. 5.300.194 describe el uso de PEI o polímeros catiónicos cuaternarizados junto con un polímero aniónico de control de depósitos de brea o adherencias. Las Patentes de los Estados Unidos Núms. 6.517.682 y 4.995.944 describen métodos para el control de depósitos utilizando combinaciones de polímeros catiónicos con uno o más tensioactivos no iónicos que tienen un equilibrio hidrófilo/lipófilo (HLB) de 11 a 14. Se describieron otros varios polímeros catiónicos para el control del depósito de resina, incluyendo diciandiamida-formaldehído (Patente de los Estados Unidos Núm. 3.582.461), polímeros de ionenos de poliaminas cuaternarizados (Patente de los Estados Unidos Núm. 4.765.867), y una composición de copolímero de cloruro de N,N-dialil-N,N-dimetilamonio con ácido 3-acrilamido-3-metilbutanoico (Patente de los Estados Unidos Núm. 5.393.380). Algunos polímeros naturales también se pueden utilizar para el control de

contaminantes. La Patente de los Estados Unidos Núm. 5.885.419 describe el uso de proteínas relacionadas con la sangre, tales como albúmina y globulinas, para evitar el depósito de brea y adherencias.

5 Los polímeros catiónicos pueden ser ineficaces para eliminar las adherencias no iónicas hidrófobas. En lugar de ello, se puede utilizar una combinación de polímeros catiónicos y tensioactivos aniónicos o compuestos tensioactivos. La Patente de los Estados Unidos Núm. 6.977.027 describe un aditivo de control de adherencias para pasta reciclada que comprende partículas de talco tratados con una amina terciaria o cuaternaria. La Patente de los Estados Unidos Núm. 6.527.915 describe un método para el control de las adherencias en el procedimiento de fabricación de papel utilizando una combinación de proteínas de suero de leche tensioactivas y polímeros catiónicos tales como polidialildimetilamonio.

10 Por último, se pueden usar componentes químicos individuales, tales como polímeros catiónicos modificados hidrófobamente, para controlar las adherencias. Estos polímeros pueden fijar adherencias aniónicas y adherencias hidrófobas no iónicas dispersas. La Patente de los Estados Unidos Núm. 5.246.547 describe un copolímero polielectrolítico hidrófobo de polidialildimetilamonio para el control de contaminantes.

15 Los polímeros catiónicos basados en poli(aminoamidas) también son conocidos por la industria de la pasta y papel, pero no se han utilizado específicamente para el tratamiento del agua de procedimiento en la fabricación de papel para reducir o contaminantes de control. Las Patentes de los Estados Unidos Núms. 4.407.994, 3.988.280, y 3.992.345 describen polímeros de poli(aminoamidas) modificadas hidrófobamente insolubles en agua para el encolado del papel. Estos polímeros no pueden realizar un control eficaz de los contaminantes en la pasta o en un procedimiento de fabricación de papel debido a que los materiales no son solubles o dispersables en agua.

20 La Solicitud de Patente de los Estados Unidos Núm. 2004/198947 describe un procedimiento para formar polímeros de poliaminoamida por medio de reacción de un ácido/éster dibásico con cantidades en exceso de una amina; el polímero intermedio resultante de allí; un procedimiento para la síntesis de resinas con alto contenido de sólidos eficaces, resultantes de la reacción de polímeros intermedios con una epihalohidrina; y la resina con alto contenido de sólidos resultante. Estas resinas se pueden utilizar como resinas de resistencia en húmedo en la industria de fabricación de papel.

25 La Patente de los Estados Unidos Núm. 6.222.006 se refiere a una formulación acuosa de resina de resistencia en húmedo termoestable completamente funcional con alto contenido de sólidos diseñada para su uso en la fabricación de productos de papel. La resina de resistencia en húmedo es el producto de reacción de una epihalohidrina y un polímero de poliaminoamida con protección terminal.

30 El documento WO 03/057760 describe pre-polímeros de poli(aminoamida), polímeros de poliamida, y las resinas resultantes de la reacción de los polímeros con una epihalohidrina. Estas resinas se pueden utilizar como resinas de resistencia en húmedo y coadyuvantes de crepado en la industria de fabricación de papel, así como aditivos de superficie para lana.

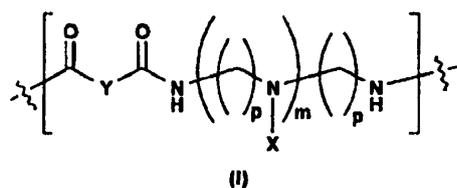
35 El documento WO 01/68733 se refiere a resinas de poliamidoamina y dispersiones acuosas de tales resinas que son útiles como resinas de resistencia en húmedo y como adhesivos de crepado.

40 El documento EP 0 066 366 describe poliamidoaminas ramificadas que portan una pluralidad de radicales aminoamida pendientes. Las poliamidoaminas ramificados son particularmente útiles como agentes de curado para epóxidos; como agente de desemulsificación, floculante o agente de retención de colorante. Las poliamidoaminas de amonio son particularmente útiles como agentes para conferir propiedades superiores de resistencia en húmedo para papel.

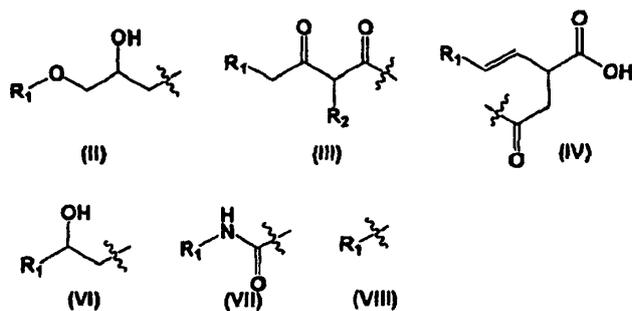
45 La Patente de los Estados Unidos Núm. 3.632.559 se refiere a poliamidas solubles en agua, catiónicamente activas que son útiles como coadyuvantes de drenaje, agentes de retención y agentes de flotación en conexión con la fabricación de papel relativamente grueso o cartón.

50 Realizaciones de la invención

55 Una realización de la presente invención es un polímero catiónico, soluble en agua que comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I):

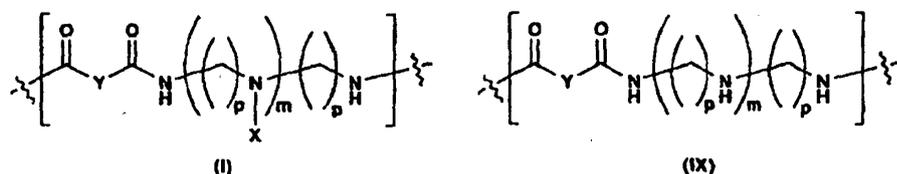


en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):

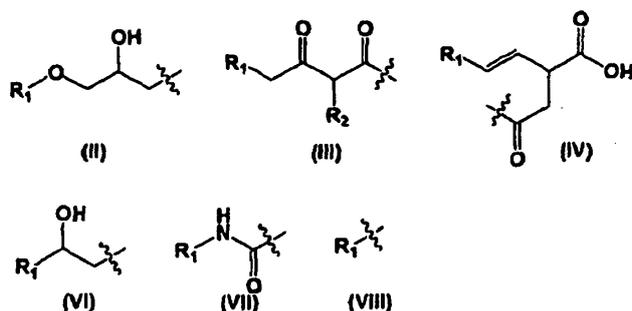


en donde R₁ y R₂, iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces, que tiene preferiblemente entre 4 y 16 átomos de carbono; Y es un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 10 átomos de carbono y hasta 2 dobles enlaces, p es un número entero en el intervalo de desde 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en el polímero catiónico soluble en agua está representado por "n" y n es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000.

Otra realización de la presente invención es el polímero anterior que comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) y fórmula (IX):



en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):



en donde R₁ y R₂, iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces, que tienen preferiblemente entre 4 y 16 átomos de carbono; Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces, que tiene preferiblemente hasta 10 átomos de carbono y hasta 2 dobles enlaces; p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en el que el polímero catiónico soluble en agua está representado por "n", que es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (IX) en el polímero catiónico soluble en agua se representa mediante "r", que es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000. La razón de r: n se encuentra en el intervalo de 1:10 a 1000:1.

Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde Y es una cadena lineal C₄grupo alquilo, p es 2, m es 1, la suma de n y R se encuentra en el intervalo de 50 a 5000, y la razón de r:n se encuentra en el intervalo de 10:1 a 100:1.

5 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (II).

Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (III).

10 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (IV).

15 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (VI).

Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (VII).

20 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (VIII).

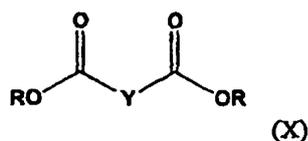
25 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en donde X en dichas unidades es independientemente en cada unidad un radical seleccionado del grupo constituido por las fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII).

Otra realización de la presente invención es el polímero anterior en donde el peso molecular de dicho polímero se encuentra en el intervalo de 1.000 a 1.000.000 Daltons.

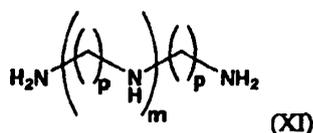
30 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior en donde el peso molecular de dicho polímero se encuentra en el intervalo de 4.000 a 500.000 Daltons.

35 Otra realización de la presente invención es el polímero anterior en donde el peso molecular de dicho polímero se encuentra en el intervalo de 8.000 a 300.000 Daltons.

Otra realización más de la presente invención es un procedimiento para preparar el polímero anterior, que comprende hacer reaccionar un diácido o un diéster de fórmula (X):



40 en donde Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces, que tiene preferiblemente hasta 10 átomos de carbono y hasta 2 dobles enlaces, y R es un átomo de hidrógeno o un alquilo grupo;
45 con una diamina de fórmula (XI):



50 en donde p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10; para formar una poli(aminoamida) y la reacción de dicha poli(aminoamida) con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en agentes de alquilación, agentes de acilación, e isocianatos de alquilo, en donde dichos agentes de alquilación, agentes de acilación, e isocianatos de alquilo comprenden un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono, hasta 4 dobles enlaces, y un grupo funcional reactivo con amina.

55 Otra realización de la presente invención es el procedimiento anterior, en donde dicho agente alquilante se selecciona del grupo que consiste en éteres de alquilglicidilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, óxidos de

alquilenos tienen de 2 a 22 átomos de carbono, haluros de alquilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, y cloruros de (dialquilamino)alquilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono.

5 Otra realización de la presente invención es el procedimiento anterior, en donde dicho alquilglicidiléter que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste de butilglicidiléter, octilglicidiléter, 2-etilhexilglicidiléter, dodecilglicidiléter, y hexadecilglicidiléter; dicho óxido de alquilenos que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste de óxido de propileno, óxido de dibutil-etileno, óxido de butileno, óxido de octileno, monóxido de butadieno, epoxiciclohexano, y óxido de hexil-etileno, óxido de estireno; dicho haluro de alquilo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste en cloruro de etilo, cloruro de propilo, 10 cloruro de butilo, cloruro de octilo, cloruro de dodecilo, cloruro de hexadecilo, cloruro de bencilo, y cloruro de feniletilo; y dicho cloruro de (dialquilamino)alquilo que tiene de 2 a 22 de carbono átomos se selecciona del grupo que consiste de cloruro de (4-clorobutil)trimetilamonio, cloruro de (6-clorohexil)trimetilamonio, y cloruro de (8-clorooctil)trimetilamonio.

15 Otra realización de la presente invención es el procedimiento anterior, en donde dicho agente de acilación se selecciona del grupo que consiste en dímeros de alquilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, dímeros de alquencilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, y anhídridos de alquencilsuccinilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono.

20 Otra realización de la presente invención es el procedimiento anterior, en donde dicho anhídrido de alquencilsuccinilo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste en anhídrido de octencilsuccinilo, anhídrido de dodecencilsuccinilo, y mezclas de los mismos.

25 Otra realización de la presente invención es el procedimiento anterior, en donde dicho isocianato de alquilo se selecciona del grupo que consiste de isocianato de butilo, isocianato de octilo, isocianato de dodecilo, isocianato de hexadecilo, isocianato de 1-feniletilo, isocianato de 1,1,3,3-tetrametil-butil, isocianato de 1-adamantilo, isocianato de 1-naftilo, isocianato de 2,2-difeniletilo, isocianato de 2,3-diclorofenilo, isocianato de 2,3-dimetoxifenilo, isocianato de 2,3-dimetilfenilo, isocianato de 2,4-diclorobencilo, y mezclas de los mismos.

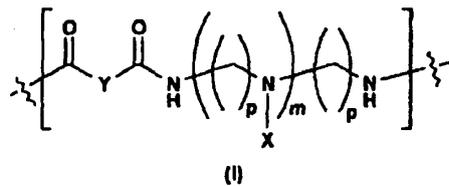
30 Otra realización más de la presente invención es una composición que comprende el polímero anterior y al menos un compuesto adicional, en donde dicho al menos un compuesto adicional se selecciona del grupo que consiste de agentes de control de contaminantes para depósitos de brea y adherencias, agentes de control de depósito para los equipos del procedimiento de fabricación de papel, compuestos de limpieza tales como limpiadores de filtros, coadyuvantes de liberación, floculantes para tratamiento de aguas, coagulantes para tratamiento de aguas, 35 coadyuvantes de drenaje para la fabricación de papel, agentes de retención para la fabricación de papel, agentes para los productos de papel, adhesivos, adhesivos de crepado, plastificantes para la optimización de las propiedades de la resina, y modificadores para la optimización de las propiedades de la resina.

40 Otra realización más de la presente invención es el uso del polímero mencionado en cualquier fase de un procedimiento de fabricación de pasta o papel.

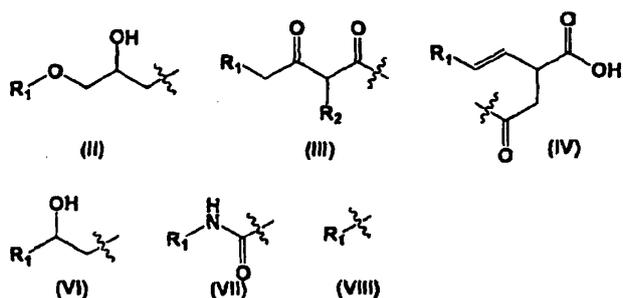
Descripción de la invención

45 En la presente memoria se describen son solubles en agua poli catiónico modificado hidrófobamente (aminoamidas) útil en los procedimientos de fabricación de papel. Estos polímeros se preparan mediante la modificación de poli(aminoamidas) solubles en agua que contienen amina con compuestos hidrófobos que contienen grupos funcionales reactivos. Estos nuevos polímeros son eficaces en la inhibición del depósito de contaminantes orgánicos en sistemas de fabricación de pasta y papel

50 Un aspecto de la presente invención se refiere a polímeros de poli(aminoamida) catiónicos solubles en agua modificados hidrófobamente útiles como agentes de control de contaminantes que comprenden unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I):

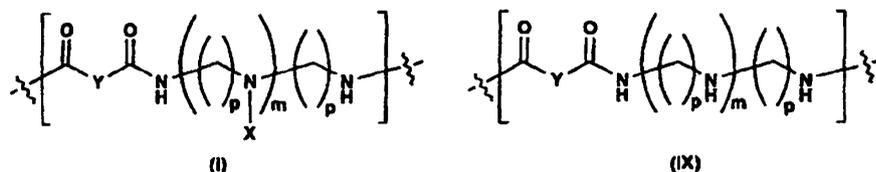


55 en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):

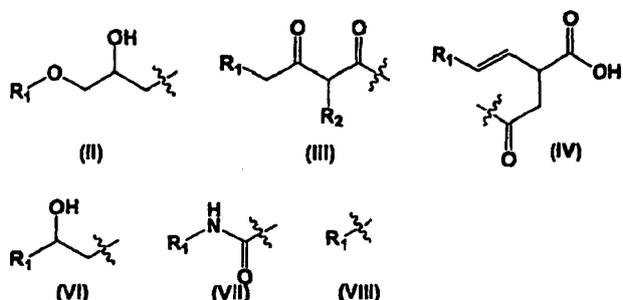


5 en donde R_1 y R_2 , iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces, que tiene preferiblemente entre 4 y 16 átomos de carbono; Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces, que tiene preferiblemente hasta 10 átomos de carbono y hasta 2 dobles enlaces; y p es un número entero en el intervalo de 2 a 10; y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en el polímero de poli(aminoamida) cationico modificado hidrófobamente, soluble en agua está representado por "n" y n es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000.

Estos, polímeros de poli(aminoamida) cationicos modificados hidrófobamente, solubles en agua también pueden comprender unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) y fórmula (IX):



en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):



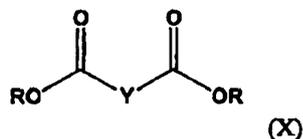
25 en donde R_1 y R_2 , iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces, Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces, que tiene preferiblemente hasta 10 átomos de carbono y hasta 2 dobles enlaces; p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) en el polímero de poli(aminoamida) cationico modificado hidrófobamente, soluble en agua está representado por "n", que es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000. El número de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (IX) en el polímero de poli(aminoamida) cationico modificado hidrófobamente, soluble en agua está representado por "r", que es un número entero en el intervalo de 5 a 10.000. La razón de r:n se encuentra en el intervalo de 1:10 a 1000:1.

35 Preferiblemente, Y es un grupo alquilo C_4 de cadena lineal, p es 2, m es 1, la suma de n y r se encuentra en el intervalo de 50 a 5000, y la razón de r:n se encuentra en el intervalo de 10:1 a 100:1. Más preferiblemente, Y es un grupo alquilo C_4 de cadena lineal, p es 2, m es 1, la suma de n y r se encuentra en el intervalo de 50 a 5000, y la razón de r:n se encuentra en el intervalo de 10:1 a 100:1, y cada X en el polímero de la presente invención es un radical de fórmulas (II), (III), o (IV).

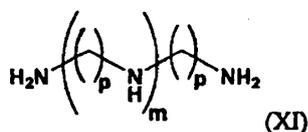
40 Preferiblemente, los polímeros de la presente invención tienen un peso molecular de 400 Daltons a 1.000.000 de Daltons, más preferiblemente de 1.000 Daltons a 500.000 Daltons, y más preferiblemente de 3.000 Daltons a 300.000 Daltons.

Los polímeros catiónicos modificados hidrófobamente de la presente invención son solubles en agua y tensioactivos, no reactivos con la celulosa, y carecen de una propiedad termoendurecible. Estos polímeros también son eficaces en el control de brea y adherencias en los procedimientos de fabricación de papel.

- 5 Otro aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de los polímeros solubles en agua de la presente invención. Este proceso comprende (a) hacer reaccionar un diácido o un diéster de fórmula (X):



- 10 en donde Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces, que tiene preferiblemente hasta 10 átomos de carbono y 2 dobles enlaces, y R es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo;
con una diamina de fórmula (XI):



- 15 en donde p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10; para formar una poli(aminoamida), y etapa (b) hacer reaccionar dicha poli(aminoamida) con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en agentes de alquilación, agentes de acilación, e isocianatos de alquilo, en donde dichos agentes de alquilación, agentes de acilación, e isocianatos de alquilo comprenden un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono, hasta 4 dobles enlaces, y un grupo funcional reactivo con amina.

- 20 La poli(aminoamida) de la etapa (a) se hace reaccionar con el compuesto de la etapa (b) de tal manera que la carga hidrófoba (cantidad de amina modificada en el polímero) del polímero resultante es menos de 20 por ciento en moles, preferiblemente menos de 15 por ciento en moles, más preferiblemente de aproximadamente 12,5 moles o menos basándose en la cantidad de amina en la poliamidoamina de la etapa (a).

- 25 Se puede utilizar más de un agente de alquilación, agente de acilación, o isocianato de alquilo en el procedimiento de la presente invención. Cuando se utiliza más de un agente de alquilación, agente de acilación, o isocianato de alquilo, el polímero resultante puede tener múltiples radicales X independientes de fórmula (I) dentro del polímero. Los polímeros que contienen combinaciones de fórmula (I) independientes que tienen radicales X independientes seleccionados del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII) se contemplan en esta invención. A modo de ejemplo, un polímero de poli(amidoamina) se puede modificar de acuerdo con la presente invención de manera que el polímero resultante comprenda estructuras de fórmula (I) en donde una primera porción de los radicales X son cualquiera de las fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII) y una segunda porción de los radicales X son independientemente cualquiera de las fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII), y (VIII).

- 30 Los ejemplos de los diácidos de fórmula (X) incluyen, pero no se limitan a, ácido adípico, ácido glutárico, ácido succínico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, y ácido oxálico. Los ejemplos de los diésteres de fórmula (X) incluyen, pero no se limitan a, adipato de dimetilo, sebacato de dimetilo, itaconato de dimetilo, azelato de dimetilo, oxalato de dimetilo, y glutarato de dimetilo. Los ejemplos de las diaminas de fórmula (XI) incluyen, pero no se limitan a, dietilentriamina, dipropilentriamina, 1,6-hexametilendiamina, trietilentetraamina, tetraetilenpentaamina, bis(hexametilentriamina), tripropilentetraamina, tetrapropilenpentaamina.
45 Tales polímeros tienen una alta densidad de amina secundaria en la cadena principal del polímero adecuada para la alquilación o acilación.

- Opcionalmente, las poli(aminoamidas) de la etapa (a) se pueden entrecruzar antes de la modificación hidrófoba de la etapa (b). O, opcionalmente, las poli(aminoamidas) de la etapa (a) se pueden entrecruzar después de la modificación hidrófoba de la etapa (b). Se pueden utilizar agentes de entrecruzamiento conocidos cualesquiera. Preferiblemente, el agente de entrecruzamiento es glixal o una epihalohidrina tal como epiclorhidrina. Cuando se utiliza un agente de entrecruzamiento, éste se añade en una cantidad de menos de 5 por ciento en moles basándose en la amina de la poli(aminoamida), se utiliza preferible menos de 2 por ciento en moles de agente de entrecruzamiento. La poli(aminoamida) entrecruzada resultante debe ser soluble en agua.

55

Preferiblemente, se utilizan ácido adípico y dietilentriamina para preparar la poli(aminoamida) de la presente invención.

5 Los agentes alquilantes que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, alquilglicidiléteres que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, óxidos de alquileo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, haluros de alquilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, y cloruros de (dialquilamino)alquilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono.

10 Los alquilglicidiléteres que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, butilglicidiléter, octilglicidiléter, 2-etilhexilglicidiléter, decilglicidiléter, dodecilglicidiléter, tetradecilglicidiléter, hexadecilglicidiléter, y octadecilglicidiléter. Los óxidos de alquileo que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, óxido de propileno, óxido de dibutil-etileno, óxido de butileno, óxido de octileno, monóxido de butadieno, epoxiciclohexano, y óxido de hexil-etileno. Los haluros de alquilo que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, cloruro de etilo, cloruro de propilo, cloruro de butilo, cloruro de octilo, cloruro de dodecilo, cloruro de hexadecilo, cloruro de bencilo, cloruro de feniletilo. Los cloruros de (dialquilamino)alquilo que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, cloruro de (4-clorobutil)trimetilamonio, cloruro de (6-clorohexil)-trimetilamonio, cloruro de (8-clorooctil)trimetilamonio.

20 Los agentes acilantes que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a, dímeros de alquilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, dímeros de alquenilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, y anhídridos de alquenilsuccinilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono. Los anhídridos de alquenilsuccinilo que se pueden utilizar en el procedimiento anterior incluyen, pero no se limitan a anhídrido de octenilsuccinilo y anhídrido de dodecenilsuccinilo.

25 Los isocianatos de alquilo que se pueden utilizar en el procedimiento anterior tienen de 2 a 22 átomos de carbono. Los ejemplos incluyen, pero no están limitados a, isocianato de butilo, isocianato de octilo, isocianato de dodecilo, hexadecilo isocianato, isocianato de fenilo, isocianato de bencilo, e isocianato de ciclohexilo.

30 Preferiblemente, la poli(aminoamida) de la etapa (a) se prepara mediante la polimerización por condensación de diaminas, tales como dietilentriamina (DETA), trietilentetraamina (TETA), o tetraetilenpentamina (TEPA) con un diácido o diéster alifático, tal como ácido adípico, ácido succínico, o malonato de dimetilo. Los grupos funcionales hidrófobos se unen a continuación a las aminas secundarias de la poli(aminoamida) por medio de alquilación o acilación en una cantidad en el intervalo de 1 a 20% en moles, preferible 5 a 15 por ciento en moles, basándose en los moles de la amina utilizada en la etapa (a) para preparar la poli(aminoamida).

35 Preferiblemente, la poli(aminoamida) de la etapa (a) se prepara utilizando ácido adípico y DETA.

40 Preferiblemente, la poli(aminoamida) se modifica con alquilglicidiléter, dímero de alquil-ceteno (AKD), anhídrido de alquilsuccinilo (ASA). La modificación con grupos funcionales hidrófobos opcionalmente puede llevarse a cabo durante o después de la polimerización por condensación.

45 Preferiblemente, se utiliza un alquilglicidiléter de que tiene una longitud de la cadena alquílica de 4 a 18 átomos de carbono, más preferiblemente de 8 a 12 átomos de carbono, como agente de alquilación en el procedimiento anterior. El alquilglicidiléter se añade preferiblemente en una cantidad de 1 a 20% en moles, preferiblemente de 2 a 15% en moles, lo más preferiblemente de 5 a 10% en moles, basándose en el contenido de amina del polímero formado en la etapa (a). Los alquilglicidiléteres reaccionan con la amina secundaria de las poli(aminoamidas) para formar enlaces N-C estables a través de una reacción de apertura de anillo del epóxido. Bajo condiciones anhidras, la velocidad de reacción depende de la temperatura de reacción. La temperatura de la reacción se encuentra preferiblemente entre 70°C y 180°C, más preferiblemente entre 100°C y 150°C, y lo más preferiblemente entre 120°C y 40°C. El tiempo de reacción es preferiblemente de 0,1 a 8 horas, más preferiblemente de 0,5 a 5 horas, y lo más preferiblemente de 1 a 3 horas.

55 La reacción de alquilación puede llevarse a cabo en agua. El poli(aminoamida) se disuelve en agua en una cantidad en el intervalo de 5 a 50% en peso, preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 10 a 40% en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 20 a 30% en peso basándose en el peso total de la disolución de poli(aminoamida)/agua. El alquilglicidiléter se añade en una cantidad en el intervalo de 0,5 a 20% en moles basándose en el contenido de amina, preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 1 a 15% en moles, y lo más preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 2 a 8% en moles. La temperatura de reacción se encuentra entre 22°C y 80°C, preferiblemente entre 30°C y 60°C, y lo más preferiblemente a 35°C y 50°C. El tiempo para completar la reacción es de 0,1 a 8 horas, preferiblemente de 0,5 a 5 horas, y lo más preferiblemente de 1-3 horas.

60 Preferiblemente, la poli(aminoamida) se modifica con un anhídrido 2-alquenil-1-succínico con una longitud de la cadena alquenilica de 8 y 18 átomos de carbono. Para preparar esta realización preferida, la poli(aminoamida) se disuelve en agua en una cantidad en el intervalo de 1 a 50% en peso de la disolución de poli(aminoamida)/agua,

preferiblemente en el intervalo de 5 a 30% en peso, más preferiblemente en la cantidad de 15% en peso, y el anhídrido 2-alquenoil-1-succínico se añade en una cantidad en el intervalo de 1 a 20% en peso, preferiblemente en el intervalo de 2 a 10% en peso, lo más preferiblemente en una cantidad de 3 a 5% en peso, basándose en el peso seco de la poli(aminoamida). El tiempo para completar la reacción oscila entre 0,1 a 48 horas, preferiblemente de 2 a 24 horas, y lo más preferiblemente de 2 a 8 horas. La temperatura de la reacción oscila entre 5°C a 100°C, preferiblemente de 20°C a 80°C, y lo más preferiblemente de 40°C a 60°C. El anhídrido 2-alquenoil-1-succínico reacciona con la amina secundaria de la poli(aminoamida) para formar una amida a través de una reacción de apertura de anillo del anhídrido succínico y la creación de un grupo carboxilo. La velocidad de reacción depende del pH de la reacción. El pH de esta reacción se encuentra preferiblemente en el intervalo de 5 a 12; más preferiblemente en el intervalo de 7 a 10, y lo más preferiblemente en el intervalo de 9 a 10. Los radicales que contienen grupos funcionales reactivos con amina tales como el dímero de ceteno, isocianato, o epóxidos también pueden ser agregados a las aminas secundarias de la poli(aminoamida) en las mismas o similares condiciones de reacción. Por ejemplo, el dímero de alquilceteno se puede añadir a la poli(aminoamida) a un pH en el intervalo de 9 a 11. La reacción forma la beta-cetona amida cuando el agua es el medio de reacción. El dímero de alquilceteno también se puede utilizar en ausencia de agua, si se hace reaccionar a una temperatura más alta, preferiblemente en el intervalo de 120 a 160°C.

El polímero de la presente invención se puede obtener en forma de un sólido o se puede formular en agua. Para preparar una disolución acuosa del producto, el material se disuelve en agua y se neutraliza con una disolución acuosa ácida tal como ácido clorhídrico, sulfúrico, o fosfórico, para obtener un pH en el intervalo de 3 a 12; más preferiblemente en el intervalo de 4 a 9, y lo más preferiblemente en el intervalo de 6 a 8. El polímero de la presente invención es de naturaleza catiónica a un pH por debajo de 12. El producto se puede formular en forma de una suspensión acuosa que tiene de 20% a 40% de sólidos totales y una viscosidad Brookfield de 20 mPas (cP) a 3.000 mPas (cP). El producto es estable a 50°C durante al menos 30 días lo que significa que tiene menos de 5% de disminución de la viscosidad al cabo de 30 días.

Los polímeros de la presente invención se pueden utilizar en cualquier etapa del procedimiento de fabricación de pasta o papel. Los productos pueden añadirse al procedimiento de fabricación de pasta o papel en forma de una disolución, un polvo, una suspensión, o en un estado disperso mezclado con otros aditivos. Los productos en disolución se pueden añadir a la composición de fabricación de pasta o se pueden pulverizar directamente sobre las rejillas, fieltros, rodillos de prensa, o cualquier otra pieza de la maquinaria para la fabricación de pasta o papel que pueda estar contaminada con depósitos. El agua es el disolvente preferible, pero también se pueden utilizar otros medios o sistemas de liberación. En general, para controlar los depósitos orgánicos en las dosificaciones de los procedimientos de fabricación de pasta o papel, los polímeros de la presente invención pueden utilizarse a concentraciones en el intervalo de 1 a 10.000 ppm basándose en el peso seco de los productos con respecto al peso seco de la pasta, preferiblemente de 5 a 1.000 ppm, y más preferiblemente de 10 a 100 ppm. Sin embargo, la dosificación eficaz del polímero varía con los diferentes sistemas de fabricación de pasta y papel, los tipos de pasta, otros productos químicos añadidos, el pH, la temperatura, y la naturaleza y cantidad de los materiales orgánicos en el sistema.

Los polímeros de la presente invención se pueden usar combinados con otros compuestos para mejorar sus propiedades. Los compuestos que se pueden utilizar son catiónicos, aniónicos, anfóteros, un compuesto sintético no iónico, o un polímero natural. Los ejemplos de los compuestos adecuados para su uso con las poli(aminoamidas) modificadas de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, agentes de control de contaminantes para los depósitos de brea y adherencias; agentes de control del depósito para los equipos del procedimiento de fabricación de papel; floculantes para el tratamiento del agua; coagulantes para el tratamiento de agua; coadyuvantes de drenaje para la fabricación de papel; coadyuvantes de retención para la fabricación de papel; agentes de encolado de productos de papel; adhesivos; adhesivos de crepado; plastificantes para la optimización de propiedades de la resina; y modificadores para la optimización de propiedades de la resina, incluyendo, pero no limitados a, espesantes y agentes de viscosidad que tienen reologías formuladas para los recubrimientos, la construcción, el campo petrolífero, la cerámica, los productos farmacéuticos y las industrias de cuidado personal.

Las composiciones de la presente invención pueden ser compatibles con otros aditivos para la fabricación de pasta y papel o mezclas de los mismos. Estos pueden incluir, pero no se limitan a, almidones; cargas tales como dióxido de titanio; antiespumantes; resinas de resistencia en húmedo y en seco; polímeros catiónicos; polímeros aniónicos; coadyuvantes de encolado; y enzimas tales como, pero no limitadas a, proteasas, amilasas, pululanasa, lipasas, hemicelulasas, endoglucanasas, cutinasas, y pectinasas.

Por ejemplo, los polímeros de la presente invención se pueden usar junto con tensioactivos aniónicos o no iónicos para mejorar la eficacia de control de contaminantes. Se pueden aplicar composiciones individuales o cualquier combinación de diferentes composiciones junto con los polímeros de la presente invención, o se pueden aplicar secuencialmente antes o después de la aplicación de los polímeros de la presente invención. Las composiciones individuales se pueden mezclar junto con los polímeros de la presente invención para formar una composición

mezclada antes de su uso. Además, los polímeros modificados con alquilglicidiléter de la presente invención son eficaces en el control de brea y adherencias y exhiben propiedades de fijación.

5 Los polímeros de la presente invención son de naturaleza catiónica y poseen la capacidad de interactuar con contaminantes aniónicos y fibras de celulosa.

10 Los polímeros de la presente invención se evaluaron como agentes de control de depósito y de adherencias y varios de los polímeros preferidos son eficaces en el control tanto de adherencias como de brea. Se utilizaron tres métodos para las evaluaciones. La prueba de depósito de brea (PDT) determina la capacidad de los polímeros para inhibir el depósito de brea. La PDT utiliza un cupón elaborado de película de polipropileno como superficie de depósito. El cupón se sumerge en una disolución de pasta de madera dura blanqueada al 0,5% que contiene brea dispersada sintética. La brea dispersada es una mezcla de brea de aceite de sebo, aceite de sebo destilado y ácido abiético como ácido de resina. Después de 60 minutos de inmersión, los cupones se enjuagan tres veces con agua desionizada y se secan. El depósito de brea en el cupón se determina mediante la recopilación de ocho lecturas de absorbancia a 210 nm utilizando un espectrofotómetro y promediando estos valores. En cada prueba, se ejecuta una muestra de control (sin tratamiento) para la comparación. Los polímeros modificados hidrófobos se ejecutan a un nivel de tratamiento de 2 ppm. El rendimiento se expresa como porcentaje de reducción de la absorbancia del depósito de brea sobre el control. Las dosis de los materiales se basan en sólidos activos en las formulaciones de las composiciones y el producto de referencia.

20 La prueba de depósito de adherencias (CIA) se utiliza para determinar la capacidad de los polímeros para inhibir el depósito de adherencias en una pasta mixta que es 25% de pasta reciclada (Sorted Office Waste) y 75% de pasta blanqueada de madera dura Kraft. La prueba utiliza un cupón elaborado de cinta adhesiva 3M como superficie de depósito. El cupón se sumergió en la disolución de pasta durante un período de una (1) hora. Las láminas se retiraron de la suspensión calentada, se enjuagaron con agua fría, y después se secaron al aire en un entorno libre de polvo. A continuación, cada lámina se escaneó utilizando un Nikon CoolScan V ED (Nikon USA, San Diego, CA, USA). El rendimiento del polímero se expresa como un porcentaje de reducción del depósito de adherencias sobre el control. La dosis de polímero se calcula basándose en el polímero activo en las formulaciones.

30 Se utilizó el soporte lógico de análisis de imágenes Verity IA (IA Verity, LLC., Oshkosh, WI, USA) para contar y determinar el tamaño de las partículas en los cupones. Se utilizaron dos calificadores para eliminar las partículas. Se eliminó de la recogida cualquier partícula con un área menor de 0,001 mm² o mayor de 1,2 mm² y cualquier partícula con una circularidad mayor de 60, tal como se define por medio de la Ecuación 1. Estos calificadores eliminaron la mayor parte de las fibras de celulosa residuales. Se seleccionaron tres áreas de interés (AOI) de dentro del sustrato de 36x24 mm y se analizaron para determinar las partículas dentro de los parámetros definidos. Dentro de cada área se calculó el porcentaje de área ocupada por las partículas depositadas y se registró una superficie media por ciento entre las tres AOI, junto con la desviación típica entre las tres mediciones.

$$\text{Circularidad} = \frac{[\text{circunferencia}]^2}{\text{área}}$$

(Ecuación 1)

40 Para evaluar las propiedades de fijación del polímero, se utilizó una mezcla de 25% de pasta reciclada (Sorted Office Waste) y 75% de pasta blanqueada de madera dura Kraft, basándose en la pasta seca. La mezcla se diluyó hasta una consistencia de 0,5% y se agitó en un vaso de precipitados a 50°C. El polímero se añadió a la suspensión de pasta y se mezcló durante al menos 10 minutos. El contenido del vaso de precipitados se vertió en un frasco Britt con un filtro de 125 µm. El producto filtrado se recogió y se centrifugó. El sedimento del producto filtrado centrifugado se recogió, se secó, y se extrajo con disolvente. Se añadieron diez (10) gramos de diclorometano al sedimento seco y se mezclaron durante 10 horas. El extracto del disolvente se filtró con un filtro de jeringa de teflón de 0,45µm. El extracto filtrado se midió espectrofotométricamente y la intensidad de la absorbancia a 260 nm se registró para calcular la cantidad de adherencias en el producto filtrado.

50 Las poli(aminoamidas) hidrófobas de la presente invención presentan mejor eliminación de la viscosidad y control de brea y adherencias. Los resultados de las evaluaciones iniciales basadas en PDT indican que la composición mostró una mejor eficacia de control de brea que DeTac® DC 3970 (Hercules Incorporated, Wilmington, DE). La CIA muestra una reducción sustancial de el depósito de adherencias sobre un sustrato adherente, especialmente a medida que aumenta la cantidad de sustitución hidrófoba en la poli(aminoamida). Una prueba que mide la fijación de adherencias sobre fibras de madera también muestra que mediante el tratamiento de una alimentación reciclada con el polímero muestra que el número de adherencias en el agua blanca se reduce significativamente. Las poli(aminoamidas) no modificadas muestran poca eficacia en la reducción de adherencias (CIA) y brea (PDT). El

producto tratado con calor (después de una prueba de estabilidad) es tan eficaz como una muestra de nueva aportación en el rendimiento de reducción de brea.

Las realizaciones de la invención se definen en los siguientes Ejemplos. Estos ejemplos son sólo ilustraciones. Por lo tanto, serán evidentes diversas modificaciones de la presente invención además de las mostradas y descritas en la presente memoria para los expertos en la técnica a partir de la descripción anterior. Aunque la invención se ha descrito con referencia a medios, materiales y realizaciones concretos, se debe entender que la invención no se limita a la descripción concreta, y se extiende a todos los equivalentes dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. En los siguientes ejemplos, todas las partes y porcentajes son en peso, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplos

La viscosidad Brookfield (BV) se midió utilizando un Viscosímetro DV-II (Viscosidad Brookfield Lab, Middleboro, MA). Se acopló un husillo seleccionado (número 27) al aparato, que se ajustó a 30 RPM. La disolución de reacción se preparó con un cierto contenido de sólidos. El husillo para la viscosidad Brookfield se insertó en la disolución de manera que no atrapara ninguna burbuja de aire y luego se hizo girar a la velocidad antes mencionada durante 3 minutos a 24°C. Las unidades se miden en mPas (centipoises (cP)).

Se llevó a cabo el análisis mediante cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) utilizando una columna Shodex KW-804 Protein con la temperatura de la columna ajustada a 40°C. La fase móvil contenía 70% de metanol y 30% de agua con la sal de litio ajustada a un pH de 4,8. La muestra se disolvió a una concentración de 1,5 mg/ml en la fase móvil y se inyectó en la máquina. El caudal se fijó a 1,0 ml por minuto. Se utilizaron como patrones muestras de poli(etilenglicol) de diferentes pesos moleculares.

Ejemplo 1. Poli(aminoamidas) modificadas con alquilglicidiléter (C12)

Se cargó dietilentriamina (103,7 g, 1,005 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (176,1 g, 1,0 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 3 horas a 170°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 130°C y se cargó alquilglicidiléter C12 (Epodil® 748, Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA, 25,8 g, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) durante 5 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 2 horas. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con HCl acuoso al 20% en peso, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 20% en peso con un pH de 7,0. La viscosidad Brookfield de la disolución resultante se midió y se encontró que era de 2.350 mPas (cps).

Ejemplos 2 a 4.

Los Ejemplos 2, 3 y 4 se prepararon como se ha descrito en el Ejemplo 1, excepto que se utilizaron en la síntesis cantidades variables de alquilglicidiléter C12, (Epodil® 748, Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA), 12,9 g (5% en moles basándose en los moles de la amina utilizada), 32,3 g (12,5% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) y 38,7 g (15% en moles basándose en los moles de la amina utilizada), respectivamente.

Ejemplo 5. Poli(aminoamidas) modificadas con alquilglicidiléter (C8-C10)

Se cargó dietilentriamina (103,7 g, 1,005 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (176,1 g, 1,0 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 130°C y se cargó alquilglicidiléter C9 (Epodil® 747, Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA, 25,8 g, 21,6 g, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) en 5 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 2 horas. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta homogeneidad para obtener una disolución de sólidos al 35% en peso con un pH de 7,0. La viscosidad Brookfield de la disolución resultante se midió y se encontró que era de 1.600 mPas (cps).

Ejemplo 6. Poli(aminoamidas) entrecruzadas modificadas con dímero de alquilceteno (C16)

Se cargó poli(aminoamida) entrecruzada con EPI (Prosoft® TC9700, 15%, Hercules Incorporated, Wilmington, DE, 500 g) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, y puertos de adición. El pH de la disolución se ajustó 10,0 utilizando NaOH al 25%. Se cargó AKD (Aquapel® 364, Hercules Incorporated, Wilmington, DE, 2,4 g), en 10 minutos con agitación. La mezcla de reacción se agitó a 70°C durante 3 horas a pH 10,0, y

después se enfrió a 30-35°C. El contenido se diluyó en agua y el pH se ajustó con HCl acuoso al 20% en peso, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 18% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que 30 mPas (cps).

5 Ejemplo 7. Poli(aminoamidas) entrecruzadas modificadas con anhídrido alquilsuccínico

Se cargó la poli(aminoamida) entrecruzada con EPI (Prosoft® TC9700, 15%, Hercules Incorporated, Wilmington, DE, 500 g) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, y puertos de adición. El pH de la disolución se ajustó a 9,0 utilizando NaOH al 25%. Se cargó anhídrido alquilsuccínico (ASA) (Precis® 797, Hercules Incorporated, Wilmington, DE, 2,25 g) a lo largo de 10 minutos con agitación. La mezcla de reacción se agitó a 24°C durante 6 horas a pH 9,0, y después se enfrió a 30-35°C. El contenido se diluyó en agua ajustando el pH con HCl acuoso al 20% en peso, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 18% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 55 mPas (cps).

15 Ejemplos 8 y 9

Los Ejemplos 8 a 9 se prepararon como se ha descrito en el Ejemplo 7, excepto que se utilizaron anhídrido 2-octenilsuccínico (Dixie Chemical Company, Inc., Pasadena, TX, 100%, 3,38 g) y anhídrido dodecenilsuccínico (Dixie Chemical Company, Inc., Pasadena, TX, 100%, 1,8 g), respectivamente, en la síntesis.

20 Ejemplo 10. Poli(aminoamida) entrecruzada modificada con alquil(C14/C12)glicidiléter

Se cargó la poli(aminoamida) entrecruzada con EPI (Prosoft® TC9700, 15%, Hercules Incorporated, Wilmington, DE, 100 g) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, y puertos de adición. El pH de la disolución se ajustó a 11,0 utilizando NaOH al 25%. Se cargó alquil(C12)glicidiléter (Epdil® 748, Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA, 0,45 g) a lo largo de 3 minutos. La mezcla de reacción se agitó a 45°C durante 3 horas a un pH de 9,0, y después se enfrió a 30-35°C. El contenido se diluyó en agua y el pH se ajustó con HCl acuoso al 15% en peso, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 18% en peso con un pH de 8,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 85 mPas (cps).

Ejemplo Comparativo 11. Poli(aminoamida) entrecruzada y modificada con Quab® 426

35 Se cargaron una poli(aminoamida) (Hercules Incorporated, Wilmington, DE, Polymer 567, 50%, 12,5 g) y agua (12,5 g) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, y puertos de adición. El pH de la disolución se ajustó a 11,5 utilizando NaOH al 25%. Se cargó cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropilalquildimetilamonio (Quab® 426, Degussa, 40%, 1,15 g) a lo largo de 3 minutos. La mezcla de reacción se agitó a 40°C durante 3 horas a un pH de aproximadamente 11,0 a aproximadamente 11,5. Al cabo de 3 horas, se cargó epiclorhidrina (0,4 g) a un pH de 9,5, y el contenido se agitó a 40°C durante 1 hora. El pH se redujo a 7,5 utilizando HCl al 20% y la epiclorhidrina residual se destruyó mediante el calentamiento de la disolución a 70°C durante 30 minutos. El producto obtenido tenía 11% en peso de sólidos totales con una viscosidad Brookfield a 120 mPas (cps).

45 Ejemplo 12. Poli(aminoamidas) modificadas con bromuro de cetilo

Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó bromuro de cetilo (Aldrich, 22,9 g, 0,075 mol, 5% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 20 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 90 minutos. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 30% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 2150 mPas (cps).

Ejemplo 13.1- Poli(aminoamidas) modificadas con clorotetradecano

60 Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó 1-clorotetradecano (Aldrich, 34,9 g, 0,15 mol, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 30 minutos. La mezcla resultante se

agitó a 130°C durante 90 minutos. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 20% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 5700 mPas (cps).

5

Ejemplo 14. Poli(aminoamidas) modificadas con 1,2-epoxidodecano

Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó 1,2-epoxidodecano (Aldrich, 27,6 g, 0,15 mol, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 30 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 1 hora. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 30% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 2140 mPas (cps).

10

15

20

Ejemplo 15. Poli(aminoamidas) modificadas con óxido de estireno

Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó óxido de estireno (Aldrich, 18 g, 0,15 mol, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 10 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 1 hora. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 40% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 172 mPas (cps).

25

30

Ejemplo 16. Poli(aminoamidas) entrecruzadas y modificadas con óxido de estireno

Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó óxido de estireno (Aldrich, 36,1 g, 0,3 mol, 20% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 10 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130°C durante 2 horas. Después de la reacción, los materiales se diluyeron con 500 g de agua. Se cargó epíclorhidrina (14,0 g, 0,15 mol) y el contenido se agitó a 40°C durante 1 hora. El pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 15% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 200 mPas (cps).

35

40

45

Ejemplo 17. Poli(aminoamidas) modificadas con isocianato de alquilo C18

Se cargó dietilentriamina (154,8 g, 1,5 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y ácido adípico (221,3 g, 1,51 mol) se cargó en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 150°C y se cargó isocianato de alquilo C18 (Aldrich, 18 g, 3% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) a lo largo de 10 minutos. La mezcla resultante se agitó a 150°C durante 90 minutos. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH se ajustó con H₂SO₄ concentrado, y se mezcló hasta la homogeneidad para producir una disolución de sólidos al 25% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 500 mPas (cps).

50

55

Ejemplo 18. Poli(aminoamidas) modificadas con 2-etilhexilglicidiléter (C8)

Se cargó dietilentriamina (103,7 g, 1,005 mol) en un matraz de reacción equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador de reflujo conectado a una trampa Dean Stark, una entrada de nitrógeno, y puertos de adición. El reactivo se calentó a 70°C y se cargó ácido adípico (176,1 g, 1,0 mol) en el matraz de reacción y el contenido se mezcló durante 4 horas a 180°C. El agua producida durante la polimerización por condensación se recogió en la trampa Dean Stark. El contenido se enfrió a 140°C y se cargó 2-etilhexilglicidiléter (2-EHGE, 98%, SaChem, Austin, TX, 20,2 g, 10% en moles basándose en los moles de la amina utilizada) en 5 minutos. La mezcla resultante se agitó a 130-140°C durante 2 horas. Después de la reacción, los materiales se diluyeron en agua, el pH

60

se ajustó con HCl acuoso al 20% en peso, y se mezcló hasta homogeneidad para obtener una disolución de sólidos al 45% en peso con un pH de 7,0. Se midió la viscosidad Brookfield de la disolución resultante y se encontró que era de 440 mPas (cps).

5 Ejemplo 19. Ensayo de depósito de brea (PDT)

Se llevó a cabo el ensayo de depósito de brea (PDT) con el fin de establecer la eficacia de las composiciones de la invención como agentes de control del depósito. En este ensayo a una pasta Kraft de consistencia dura blanqueada al 0,5% en agua DI (desionizada) a 50°C se le añadieron 6 ml de una disolución al 25% en peso de cloruro de calcio dihidratado y 140 ml de una brea sintética que se había precalentado a 95°C. La brea sintética se preparó según el siguiente procedimiento: 1) añadir 1,25 g de NaOH sólido a 2 L de agua DI, 2) calentar a 95°C, 3) añadir una disolución de 5,03 g de ácido abiético (75% de pureza, Sigma Chemical, St. Louis, MO, USA) y 2,22 g de Sylvatol 40 (Arizona Chemical, Jacksonville, FL, USA) disuelto en ~5 g de acetona, 4) añadir una disolución de 3 g de Pamak TP (Eastman Chemical, Kingston, TN, USA) disuelta en ~50 g de acetona, 5) separar mediante evaporación la acetona, 6) enfriar a 50°C, 7) ajustar el pH a 8,0 con HCl 4N, y 8) ajustar el peso a 2000 g con agua DI.

Después de añadir la brea sintética, se transfirieron 500 ml de la disolución de ensayo a un vaso de precipitados adecuado y se mezcló con un agitador magnético. Después de equilibrar durante 20 minutos, se añadió el tratamiento y dos láminas de prueba compuestas de película de polipropileno montadas en soportes de láminas de película de 35 mm se suspendieron en la disolución por medio de un soporte fijo. Después de mezclar a 50°C durante 60 minutos, las láminas se retiraron de la disolución, se enjuagaron con agua DI, a continuación, se enjuagaron dos veces con agua DI RT, y se dejaron secar al aire.

La reducción en el depósito de resina se determinó tomando la media de ocho mediciones de absorción UV a 300 nm y comparando la reducción en la absorbancia relativa con un control. Los resultados de los ensayos se resumen en la Tabla 1. El rendimiento de los materiales se expresa como un porcentaje de reducción del contenido de brea sobre el control. Todos los ensayos PDT se llevaron a cabo a una concentración de compuestos activos de 1,92 ppm.

El eliminador de la viscosidad comercial, DeTac® DC3970 se evaluó típicamente al mismo tiempo que los ejemplos experimentales en cada ensayo y los resultados de PDT se incluyen en los paréntesis de la última columna que sigue a los resultados de los ensayos de las muestras para la comparación. Otros productos comerciales para el control de contaminantes, incluyendo DeTac® DC720D, un eliminador de la viscosidad compuesto de una sustancia natural, y Zenix® DC7479, un polímero catiónico, también se evaluaron como criterios de referencia. El alquil(C12)glicidiléter hidrófobo de partida (Epodil® 748), y la poli(aminoamida) no modificada, el polímero de condensación de ácido adípico y dietilentriamina sin grupo hidrófobo unido, se evaluaron también para la comparación.

Tabla I. Eficacia de reducción de brea (%) de las poli(aminoamidas) hidrófobas

Muestras	Cadena Principal Polimérica Catiónica	Hidrófobo	Carga hidrófoba	PDT%, (PDT de DeTac® DC3970, %)
Ejemplo 1	Poli(aminoamida)	Epodil®748	10% en moles	68 (56)
Ejemplo 2	Poli(aminoamida)	Epodil®748	5% en moles	66 (56)
Ejemplo 3	Poli(aminoamida)	Epodil®748	12,5% en moles	59 (56)
Ejemplo 4	Poli(aminoamida)	Epodil®748	15% en moles	30 (49)
Ejemplo 5	Poli(aminoamida)	Epodil®747	10% en moles	33 (35)
Ejemplo Comparativo 1	Ninguno	Epodil®748	-	<5 (71)
Ejemplo Comparativo 2	Poli(aminoamida)	Ninguno	0%	25 (71)
Ejemplo Comparativo 3	DcTac ® DC720D	-	-	19 (50)
Ejemplo Comparativo 4	Zenix DC7479 ®	Ninguno	0%	<5 (65)

40 Como se muestra en la Tabla I, el alto porcentaje PDT indica un sustrato más limpio, es decir, menos depósito. Los resultados de la evaluación indican que los materiales de poli(aminoamida) modificados con alquilglicidiléter en la presente invención son equivalentes a, o más eficaces que, DeTac® DC3970 en la reducción de brea. Los

materiales de partida, alquilglicidiléteres (Epodil® 748 o 747) y poli(aminoamida) que no ha reaccionado no fueron eficaces en el control de brea. Otros dos agentes de control de contaminante comerciales, DeTac® DC720D y Zenix® DC7479, fueron menos eficaces que las poli(aminoamidas) descritas en este ensayo. El incremento de la carga hidrófoba dio como resultado la reducción de la eficacia de control de brea.

También se evaluaron poli(aminoamidas) modificadas hidrófobamente preparadas utilizando un dímero de alquilcetano (Aquapel® 364, Hercules Incorporated) y poli(aminoamidas) como se muestra en el Ejemplo 6 utilizando DeTac® DC3970 como criterio de referencia. Como se muestra en la Tabla II, el polímero catiónico hidrófobo era comparable a DeTac® DC3970 en la reducción de brea. El material de partida, Aquapel® 364, fue ineficaz en el control de brea.

Tabla II. Eficacia en la reducción de brea (%) de las poli(aminoamidas) hidrófobas

Muestras	Cadena Principal Polimérica Catiónica	Hidrófobo	Carga hidrófoba	PDT (PDT de DeTac® DC3970)
Ejemplo 6	Poli(aminoamida)	Aquapel® 364	3% en peso	74 (71)
Ejemplo Comparativo 2	Poli(aminoamida)			25 (71)
Ejemplo comparativo 5	Ninguna	Aquapel® 364		<5 (71)

La evaluación de PDT también mostró que las poli(aminoamidas) modificadas con anhídrido dodecenilsuccínico (Ejemplo 9) fueron eficaces en 58%; Delac® DC3970 fue eficaz en 62% en el mismo ensayo; mientras que las poli(aminoamidas) modificadas con Quab® 426 (Ejemplo Comparativo 11) fueron eficaces en 66% y DeTac® DC3970 fue eficaz en 57% en el mismo ensayo.

Las poli(aminoamidas) modificadas hidrófobamente preparadas utilizando cuatro compuestos reactivos hidrófobos diferentes también se evaluaron utilizando DeTac® DC3970 como criterio de referencia. Esos polímeros catiónicos hidrófobos mostraron un rendimiento comparable a DeTac® DC3970 en la reducción de brea. El arco de resultados se muestra en la Tabla III.

Tabla III. Eficacia en la reducción de brea (%) de derivados de poli(aminoamidas) hidrófobas en comparación con DeTac, DC3970

Muestras	Hidrófobo	Carga hidrófoba	% de Eficacia en PDT de DeTac DC3970
Ejemplo Comparativo 6	DeTac® DC3970		100
Ejemplo 12	Bromuro de cetilo	5% en moles	92
Ejemplo 13	1-Clorotetradecano	10% en moles	81
Ejemplo 14	1,2-epoxidodecano	10% en moles	95
Ejemplo 15	Óxido de estireno	10% en moles	98

Ejemplo 20. Ensayo de Depósito de Adherencias (CIA)

El método de la CIA se utilizó para medir el depósito particulado de adherencias por fibra reciclada. Residuos Ofimáticos Clasificados (SOW por "Sorted Office Waste") de un molino de pasta de reciclaje con un nivel extraíble de diclorometano (DCM) de 7 g/kg, y una pasta Kraft de madera dura blanqueada sin DCM detectable, se diluyeron a 0,5% de consistencia. Las dos suspensiones se mezclaron a continuación a una razón de 75% de pasta de madera dura blanqueada y 25% de SOW y se añadieron a un vaso de precipitados equipado con un agitador magnético y un calentador. Las mezclas de las suspensiones se calentaron a 50°C mezclando. Dos soportes de láminas fotográficas de 35 mm en los cuales se había montado cinta adhesiva 3M 175-O (St. Paul, MN, USA) como sustrato se suspendieron a continuación en la suspensión durante un período de 1 hora. Las láminas se montaron de tal manera que la orientación del sustrato fue paralela al flujo de la suspensión. Al cabo de una (1) hora, se retiraron las láminas de la suspensión calentada, se enjuagaron con agua fría, y se secaron al aire en un entorno libre de polvo. A continuación, cada lámina se escaneó utilizando un Nikon Coolscan V ED (Nikon USA, San Diego, CA, USA) a 4000 ppp con la opción de eliminación de suciedad deshabilitada. Para la reducción de adherencias, el número de depósito es el % de área ocupada por las adherencias depositadas.

Para la reducción de las adherencias, el número de depósito es el % de área ocupada por las adherencias depositadas. Cuanto menor sea el número, más eficaz será el material en la reducción de los depósito particulados de adherencias.

Tabla IV. Control del depósito de adherencias utilizando poli(aminoamidas) hidrófobas

Muestras	Cadena principal polimérica	Hidrófobo	Carga hidrófoba	CIA (2 ppm)	CIA (10 ppm)
Ejemplo 1	Poli(aminoamida)	Epodil® 748	10% en moles	0,39	0,076
Ejemplo 2	Poli(aminoamida)	Epodil® 748	5% en moles	0,39	0,177
Ejemplo Comparativo 2	Poli(aminoamida)	Ninguno	0%	1,15	0,861
Ejemplo Comparativo 6	DeTac® DC3970	Acetato de polivinilo	10-15%	0,654	0,30

5 Como se muestra la Tabla IV, estas dos composiciones de glicidilalquil poli(aminoamidas) evaluadas tenían unos números mucho más bajos que DeTac® DC3970 a 2 ppm y 10 ppm, lo que indica que son más eficaces que DeTac® DC3970 en la reducción del depósito de brea y adherencia basándose en este ensayo.

Ejemplo 21. Medición de la Propiedad de Fijación de Contaminantes

10 Se mezclaron SOW y pasta Kraft de madera dura blanqueada en una proporción 25/75, basándose en la pasta seca. La mezcla se diluyó a 0,5% de consistencia y se agitó en un vaso de precipitados a 50°C. El compuesto polimérico se añadió a la pasta y se mezcló durante al menos 10 minutos. El contenido del vaso de precipitados se vertió en un frasco Britt con una pantalla de 125 µm. El producto filtrado se recogió y se centrifugó. El sedimento del producto filtrado centrifugado se recogió, se secó y después se extrajo con un disolvente. Se añadieron diez (10) g de diclorometano al sedimento seco y se mezcló durante 10 horas. El extracto de disolvente se filtró con un filtro de jeringa de Teflón de 0,45 micras. El extracto filtrado se midió espectrofotométricamente y se registró la intensidad de la absorbancia a 260 nm como la cantidad de adherencias en el producto filtrado. Los datos de fijación de la Tabla V son el porcentaje de reducción de adherencias en el agua blanca en comparación con el control. Es deseable un mayor porcentaje.

20 Tabla V. Eficacia en la fijación de adherencias (%) de poli(aminoamidas) hidrófobas

Ejemplos	Cadena principal del polímero	Hidrófobo	Carga hidrófoba	Fijación (10 ppm,%)
Ejemplo 1	Poli(aminoamida)	Epodil® 748	10% en moles	67,1
Ejemplo 2	Poli(aminoamida)	Epodil® 748	5% en moles	68,0
Ejemplo 5	Poli(aminoamida)	Epodil® 747	10% en moles	44,9
Ejemplo Comparativo 2	Poli(aminoamida)	Ninguno	0%	25
Ejemplo comparativo 3	DeTac® DC720D	-	-	8,0
Ejemplo Comparativo 4	Zenix® DC7479	Ninguno	0%	75

25 Como se muestra en la Tabla V, las tres composiciones de alquilglicidil poli(aminoamidas) son mucho más eficaces que DeTac® DC720D y que las poli(aminoamidas) sin modificar, y comparables a Zenix® DC7479 en el control de el depósito de adherencias.

Ejemplo 22. Medición de la turbidez de un producto filtrado de papel grueso de un suministro de pasta

30 Se añadió un suministro reciclado de color pardo al 100% (180 - 200 ml) a 2,5-3,0% de consistencia a un tarro Britt con papel de filtro Whatman541. El papel grueso se agitó durante 5 min a temperatura ambiente utilizando un agitador mecánico a 1000 rpm. El compuesto polimérico se añadió a la pasta y se mezcló durante 5 minutos. La pasta se filtró a vacío y se recogieron 150 ml de producto filtrado. La turbidez del producto filtrado se midió con un turbidímetro. Cuanto más baja es la turbidez del producto filtrado, más eficaz es el compuesto polimérico en el control de brea y adherencias de la pasta reciclada.

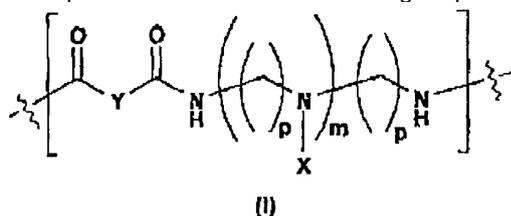
Tabla VI. Reducción de la turbidez de papel grueso por medio de derivados de poli(aminoamidas) hidrófobas

Muestras	Hidrófobo	Carga hidrófoba	Turbidez (FAU)
Blanco			114
Ejemplo 1	Epodil® 748	10% en moles	45
Ejemplo 15	Epodil® 747	10% en moles	36
Ejemplo 12	Bromuro de cetilo	5% en moles	34
Ejemplo 13	1-Clorotetradecano	10% en moles	42
Ejemplo 14	1,2-Epoxidodecano	10% en moles	43
Ejemplo 15	Óxido de estireno	10% en moles	41
Ejemplo 16	Óxido de estireno y EPI	20% en moles	25
Ejemplo 17	Isocianato C18	3% en moles	15
Ejemplo 18	2-Etilhexilglicidiléter	10% en moles	52
Ejemplo comparativo 3	DeTac® DC720D		66
Ejemplo Comparativo 4	Zenix® DC7479		32
Ejemplo Comparativo 6	DeTac® DC3970		98

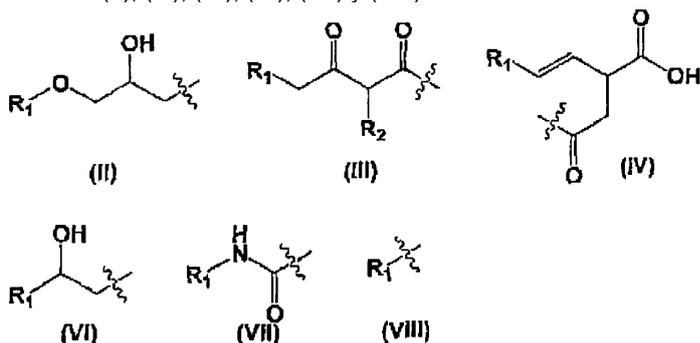
Como se muestra en la Tabla VI, los derivados de poli(aminoamidas) hidrófobo preparados con diversos reactivos hidrófobos mostraron todos eficacia en la reducción de la turbidez de pastas recicladas, y son más eficaces que DeTac® DC720D y DeTac® DC3970, y comparables a Zenix® DC7479.

REIVINDICACIONES

1. Un polímero catiónico soluble en agua que comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I):



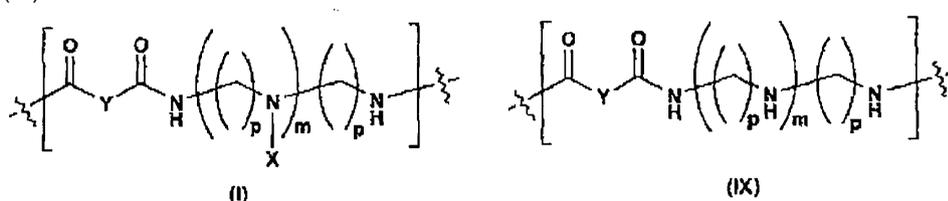
en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):



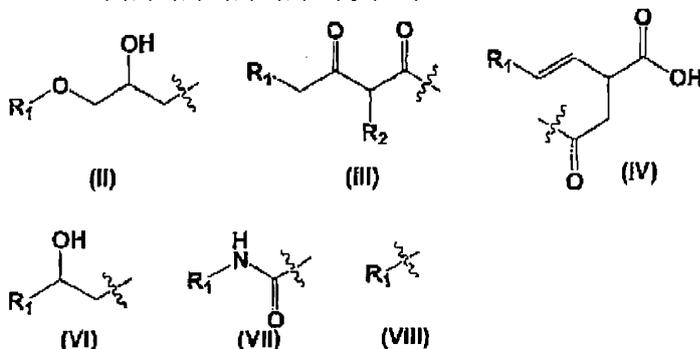
en donde

- (a) R₁ y R₂, iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces;
- (b) Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces; y
- (c) p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10.

2. El polímero de la reivindicación 1, que comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) y fórmula (IX):



en donde X en dicha unidad de fórmula (I) es un radical seleccionado del grupo que consiste en los radicales de fórmulas (II), (III), (IV), (VI), (VII) y (VIII):



en donde

- (a) R₁ y R₂, iguales o diferentes, son un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces;
- (b) Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces; y
- (c) p es un número entero en el intervalo de 2 a 10, y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10; y

en donde n y r, los números de unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I) y fórmula (IX) en el polímero, respectivamente, son números enteros en el intervalo de 5 a 10.000, y la razón de r: n se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1000:1.

5 3. El polímero de la reivindicación 2, en donde Y es un grupo alquilo C₄ de cadena lineal, p es 2, m es 1, la suma de n y r se encuentra en el intervalo de 50 a 5000, y la razón de r: n se encuentra en el intervalo de 10:1 a 100:1.

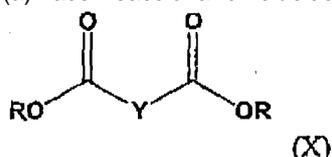
10 4. El polímero de la reivindicación 3, en donde el polímero comprende unidades distribuidas aleatoriamente de fórmula (I), en donde X en dichas unidades es un radical de fórmula (II) o (III) o (IV) o (VI) o (VII) o (VIII).

5. El polímero de la reivindicación 3, en donde el peso molecular de dicho polímero se encuentra en el intervalo de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 1.000.000 Daltons.

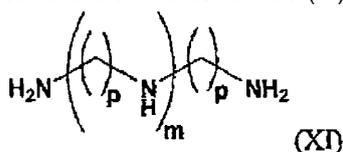
15 6. El polímero de la reivindicación 3, en donde el peso molecular de dicho polímero se encuentra en el intervalo de aproximadamente 4.000 a aproximadamente 500.000 Daltons.

7. Un procedimiento para preparar el polímero de la reivindicación 2, que comprende:

(a) hacer reaccionar un diácido o un diéster de fórmula (X):



20 en donde Y es un grupo alifático u olefínico o aromático de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 20 átomos de carbono y hasta 8 dobles enlaces y R es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo con una diamina de fórmula (XI):



25 en donde p es un número entero en el intervalo de 2 a 10; y m es un número entero en el intervalo de 1 a 10; para formar una poli(aminoamida); y

30 (b) hacer reaccionar dicha poli(aminoamida) con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en agentes de alquilación, agentes de acilación, e isocianatos de alquilo, en donde dichos agentes de alquilación, agentes de acilación e isocianatos de alquilo comprenden un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificado que tiene hasta 22 átomos de carbono, hasta 4 dobles enlaces, y un grupo funcional reactivo con amina.

35 8. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde dicho agente alquilante se selecciona del grupo que consiste en alquilglicidiléteres que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, óxido de alquileo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono y haluros de alquilo que tienen de 2 a 22 átomos de carbono.

40 9. El procedimiento de la reivindicación 8, en donde dicho alquilglicidiléter que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste de butilglicidiléter, octilglicidiléter, 2-etilhexilglicidiléter, dodecilglicidiléter, y hexadecilglicidiléter, dicho óxido de alquileo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste de óxido de propileno, óxido de dibutil-etileno, óxido de butileno, óxido de octileno, monóxido de butadieno, epoxiciclohexano, y óxido de hexiletileno, y dicho haluro de alquilo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste en cloruro de etilo, cloruro de propilo, cloruro de butilo, cloruro de octilo, cloruro de dodecilo, cloruro de hexadecilo, cloruro de bencilo, y cloruro de feniletilo.

45 10. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde dicho agente de acilación se selecciona del grupo que consiste en dímeros de alquilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, dímeros de alquenilceteno que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, anhídridos alquenilsuccínicos que tienen de 2 a 22 átomos de carbono, y mezclas de los mismos.

50 11. El procedimiento de la reivindicación 10, en donde dicho anhídrido de alquenilsuccinilo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono se selecciona del grupo que consiste en anhídrido de octenilsuccinilo, anhídrido dodecenilsuccínico, y mezclas de los mismos.

12. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde dicho isocianato de alquilo se selecciona del grupo que consiste de isocianato de butilo, isocianato de octilo, isocianato de dodecilo, isocianato de hexadecilo, y mezclas de los mismos.
- 5 13. Una composición que comprende el polímero de la reivindicación 1 y al menos un compuesto adicional, en donde dicho al menos un compuesto adicional se selecciona del grupo que consiste en
- 10 (a) agentes de control de contaminantes para los depósitos de brea y adherencias;
(b) agentes de control del depósito para equipos de procedimiento de fabricación de papel;
(c) floculantes para el tratamiento del agua;
(d) coagulantes para el tratamiento de aguas;
(e) coadyuvantes de drenaje para la fabricación de papel;
(f) coadyuvantes de retención para la fabricación de papel;
(g) agente de encolado para productos de papel;
(h) adhesivos;
- 15 (i) adhesivos de crepado;
(j) plastificantes para la optimización de las propiedades de la resina;
(k) modificadores para la optimización de las propiedades de la resina;
(l) coadyuvantes de limpieza; y
(m) coadyuvantes de liberación.
- 20 14. El uso del polímero de la reivindicación 1 en cualquier etapa de un procedimiento de fabricación de pasta o papel.