

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 507 576**

51 Int. Cl.:

**D21H 17/17** (2006.01)

**D21H 17/28** (2006.01)

**D21H 17/37** (2006.01)

**D21H 21/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.07.2009 E 09790672 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.09.2014 EP 2307613**

54 Título: **Encolado superficial mejorado de papel**

30 Prioridad:

**24.07.2008 US 178904**

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

**15.10.2014**

73 Titular/es:

**SOLENIS TECHNOLOGIES CAYMAN LP (100.0%)  
Rheinweg 11  
8200 Schaffhausen, CH**

72 Inventor/es:

**VARNELL, DANIEL F.**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 507 576 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**

Encolado superficial mejorado de papel

**5 Campo técnico**

La divulgación se refiere al encolado superficial de productos de papel, incluyendo papel fino y cartón corrugado. Se desvelan composiciones de prensa de encolado, composiciones de papel a las que se aplican composiciones de prensa de encolado, y a los métodos para la producción de productos de papel encolado.

10

**Antecedentes de la divulgación**

El encolado de papel se refiere a la capacidad de un papel para resistir un líquido o para impedir que dicho líquido penetre dentro o a través del papel. En general, el líquido al que se presenta resistencia es agua. Los compuestos que están diseñados para incrementar la resistencia a líquidos se conocen como agentes de encolado. A veces se hace referencia a un tipo específico de encolado, tal como un agente de encolado oleoso. Para una descripción acerca del encolado, véase, Principles of Wet End Chemistry, de William E. Scott, Tappi Press (1996), Atlanta, ISBN 0-89852-286-2. Los valores de encolado son específicos del ensayo usado.

15

En la fabricación de papel y acabado de papel, con frecuencia se emplea un agente de encolado para proporcionar características deseables buscadas en el producto de papel acabado. El encolado, o la propiedad de encolado, es una medida de la resistencia de un papel fabricado o producto de cartón a la penetración o humectación por un líquido acuoso, que puede ser agua. Los agentes de encolado son aditivos internos empleados durante la fabricación de papel o aditivos externos empleados como agentes de tratamiento superficial durante el acabado del papel que incrementan esta resistencia.

20

25

La fabricación de papel se puede llevar a cabo en condiciones de pH ácidas, neutras, o alcalinas, y la selección de un agente de encolado normalmente depende del pH usado. Por ejemplo, normalmente se usan agentes de encolado derivados de colofonia en condiciones de fabricación de papel ácidas. En condiciones de pH alcalinas, que se usan ampliamente en aplicaciones de fabricación de papel fino, los agentes de encolado típicos incluyen alquil ceteno o dímeros de alqueno o anhídridos ácidos tales como anhídridos alquenoil succínicos.

30

Se puede añadir un agente de encolado a un cartón corrugado o un cartón corrugado reciclado en la prensa de encolado de la máquina de papel. El encolado con frecuencia se obtiene añadiendo un látex polimérico catiónico, tal como un látex de un polímero de estireno y monómeros acrílicos. La prensa de encolado normalmente contiene una fécula disuelta, el agente de encolado, y otros aditivos. El pH de la prensa de encolado cuando se usan látices catiónicos normalmente está entre 4,5 y 5,5. A un pH más alto, los agentes de encolado catiónicos son mucho menos eficientes a la hora de desarrollar el encolado. Para encolar papel también se pueden usar agentes de encolado reactivos, y son más eficientes cuando el pH de la prensa de encolado está por encima de 6,0. Sin embargo, los agentes de encolado reactivos no se usan ampliamente para el encolado de materiales de cartón corrugado, debido a que reducen el coeficiente de fricción y el ángulo de deslizamiento del papel.

35

40

La tecnología actual para el encolado superficial de cartón corrugado o papel de cartón corrugado reciclado depende de la aplicación de látex catiónico o agentes de encolado de colofonia. La eficiencia del encolado es mediocre, y existe un margen de mejora significativa. El encolado generalmente se lleva a cabo a un pH significativamente inferior a pH 7, normalmente a pH 5,5 aproximadamente. Se sabe que los agentes de encolado reactivos proporcionan un encolado más eficiente cuando se usan en la prensa de encolado en el encolado de "papel fino", es decir papel para aplicaciones de impresión y escritura. No obstante, el uso de agentes de encolado reactivos en aplicaciones de cartón corrugado está limitado por los efectos deletéreos que tienen dichos agentes de encolado sobre el coeficiente de fricción del cartón final, como se ha indicado anteriormente.

45

50

De acuerdo con el documento WO 2008/086029, se aplica una composición a la superficie de papel que comprende un polímero a base de glicol éter que proporciona una calidad mejorada para la impresión por inyección de tinta. La supuesta ventaja de usar la composición es que mejora la impresión por inyección de tinta sobre el papel sin una pérdida significativa de la resistencia de agua. Más específicamente, el papel está recubierto y ha sido tratado en su superficie con los siguientes materiales y se ha secado hasta el punto de ser útil. Estos materiales son: 1) uno o más compuestos que incrementan la resistencia al agua. Estos se conocen como agentes de encolado, 2) fécula, 3) un polímero a base de glicol éter.

55

El documento EP 0580405 se refiere a una mezcla de encolado para incrementar la resistencia a la penetración de los bordes de corte de cartón para el envasado de líquidos mediante peróxido de hidrógeno caliente, que comprende un encolado reactivo de celulosa, un encolado reactivo no de celulosa, y una resina termoestable que es capaz de unirse covalentemente a fibra de celulosa y auto-reticularse, un proceso para la preparación de la mezcla de encolado, y el uso de la mezcla de encolado de acuerdo con la invención para la fabricación de un contenedor para líquidos consumibles.

60

65

Por consiguiente, en la tecnología de encolado para la fabricación de papel son deseables métodos mejorados de productos de papel encolado.

### Sumario de la divulgación

5 La divulgación se refiere a composiciones de prensa de encolado para su uso en el encolado de papel o cartón corrugado. Las composiciones contienen al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo, al menos un agente de encolado reactivo, al menos una resina promotora, al menos un aglutinante, y agua. La divulgación también se refiere a un papel o cartón corrugado que está encolado con la composición de la prensa de encolado, y un método para la producción de papel encolado o cartón corrugado encolado con la composición de prensa de encolado.

### Descripción detallada de la divulgación

15 Una realización de la divulgación incluye la reivindicación modificada 1. Los componentes (a), (b), y (c) son los componentes reactivos y el componente (a) está presente en la composición entre el 30 aproximadamente y el 95 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales ((a), (b), y (c)) y más habitualmente entre el 60 aproximadamente y el 80 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales ((a), (b), y (c)). El componente (b) está presente en la composición entre el 5 aproximadamente el 70 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales y más habitualmente entre el 20 aproximadamente y el 40 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales ((a), (b), y (c)), y el componente (c) está presente en la composición entre el 2 aproximadamente y el 20 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales y más habitualmente entre el 5 aproximadamente y el 15 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales ((a), (b), y (c)). La composición se utiliza en una formulación de un agente de encolado para su uso en el encolado de papel.

30 Otra realización de la divulgación supone una composición de prensa de encolado que contiene la composición de encolado descrita anteriormente, y además incluye un aglutinante (componente (e)). El al menos un aglutinante (e) está presente en la composición de la prensa de encolado entre el 2 aproximadamente y el 12 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de prensa de encolado y más habitualmente entre el 6 aproximadamente y el 10 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de la prensa de encolado. La composición de la prensa de encolado contiene entre el 0,15 aproximadamente y el 1 % en peso aproximadamente del al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo (a) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado. La composición de la prensa de encolado contiene entre el 0,025 aproximadamente y el 0,8 % en peso aproximadamente del al menos un agente de encolado reactivo (b) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, y contiene entre el 0,01 aproximadamente y 0,2 % en peso aproximadamente de la al menos una resina promotora (c) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado. Más habitualmente, la composición de la prensa de encolado contiene entre el 0,3 aproximadamente y el 0,85 % en peso aproximadamente del al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo (a) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, entre el 0,1 aproximadamente y el 0,45 % en peso aproximadamente o el al menos un agente de encolado reactivo (b) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, y entre el 0,025 aproximadamente y el 0,16 % en peso aproximadamente de la al menos una resina promotora (c) en base al peso total de la composición de la prensa de encolado.

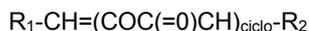
45 Otras realizaciones de la divulgación incluyen una composición de papel que contiene papel que ha sido encolado con una composición de prensa de encolado descrita anteriormente. La composición de papel tiene un valor de encolado superior a 20 segundos medido de acuerdo con el Ensayo de Encolado de Hercules (EEH). Los valores de encolado son específicos del ensayo utilizado, y el EEH (Método de Tappi, T530) se describe con mayor detalle en los Ejemplos a continuación. La composición de papel se produce mediante la aplicación a papel de la composición de la prensa de encolado descrita anteriormente con una prensa de encolado.

55 Cuando un agente de encolado reactivo se combina con un agente de encolado no reactivo para su uso en un cartón corrugado, los dos deben estar equilibrados de forma que se consiga un encolado adecuado sin perder una gran cantidad de fricción. Como se ha indicado anteriormente, un agente de encolado reactivo puede proporcionar un buen encolado para un cartón corrugado, pero presenta inconvenientes debido a que se reduce la fricción. No obstante, un agente de encolado reactivo es mucho menos efectivo a medida que el pH de la formulación de prensa de encolado se reduce por debajo de 7, que es necesario para un buen comportamiento en agentes de encolado no reactivos catiónicos. Normalmente, los agentes de encolado reactivos se comportan mejor a valores de pH por encima de 7. De forma inesperada, hemos comprobado que cuando se usa una combinación de agentes de encolado reactivos y no reactivos, los resultados se pueden mejorar al incluir al menos una resina promotora de forma que se pueda usar una formulación de prensa de encolado a un pH por debajo de pH 6 aproximadamente. La al menos una resina promotora permite que el agente(s) de encolado no reactivo trabaje a un intervalo de pH óptimo por debajo de 6, al tiempo que permite adicionalmente que el agente(s) de encolado reactivo se comporte bien en este intervalo de pH más bajo. El resultado es inesperado debido a que los agentes de encolado reactivos son conocidos en la técnica anterior por rendir mal a intervalos de pH por debajo de pH 6. Además, hemos encontrado que la al menos una resina promotora ha mejorado de forma inesperada el comportamiento del al menos un agente

de encolado no reactivo, incluso cuando no había presente agente de encolado reactivo, lo que demuestra que la resina promotora mejora la eficacia tanto de los agentes de encolado reactivos como no reactivos.

5 Normalmente, el al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo (componente (a)) es un polímero en forma de dispersión, de emulsión o un látex. El potencial zeta del polímero es positivo por debajo de pH 6 aproximadamente, y el polímero tiene una temperatura de transición vítrea primaria entre 10 aproximadamente y 80 °C aproximadamente. Ejemplos no limitantes de polímeros incluyen polímeros a base de estireno y acrilatos, y combinaciones de estos. Uno de dichos polímeros es un copolímero aleatorio del 57 % en peso de estireno y el 38 % en peso de acrilato de n-butilo formado mediante un método de polimerización en emulsión con radicales libres de naturaleza catiónica obtenido al incorporar al polímero un tercer monómero que es catiónico, tal como dimetilaminopropilacrilamida. El polímero también puede ser una combinación de monómeros acrílicos, tales como los descritos en la patente de Estados Unidos nº 5.169.886. Los agentes de encolado de superficie catiónica no reactivos normalmente proporcionan el encolado a un papel cuando se añaden en el papel a un nivel de al menos el 0,05 % en base seca, y más habitualmente a nivel de al menos el 0,1 % en base seca en el papel. Ejemplos de agentes de encolado de superficie catiónica no reactivos incluyen Giulini Pergluten K532<sup>®</sup>, BASF Basoplast PR8262<sup>®</sup>, EKA SP CE28<sup>®</sup>, y Hercules Incorporated imPress<sup>®</sup> ST 830.

20 El al menos un agente de encolado reactivo (componente (b)) normalmente es un dímero de alquil ceteno o un anhídrido alquil succínico, y normalmente está en forma de dispersión acuosa, de emulsión o látex. Los dímeros de alquil ceteno tienen la fórmula de un anillo de propiolactona dialquil sustituido:



25 donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son hidrocarburos C<sub>6</sub> a C<sub>24</sub> saturados o insaturados o un cicloalquilo que tiene al menos 6 átomos de carbono, o un hidrocarburo de arilo, aralquilo o alquilarilo. Esto incluye decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, octadecilo, aicosilo, docosilo, tetrocosilo, ciclohexilo, fenilo, bencilo y dímeros de naftil ceteno. También se incluyen los dímeros de alquil cetona producidos a partir de ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido miristoleico y ácido eleostearico. Otros ejemplos se pueden encontrar en las Patentes de Estados Unidos nº 6.207.258 y 6.162.328.

30 La al menos una resina promotora (componente (c)) puede ser cualquier compuesto químico que mejore los agentes de encolado reactivos y no reactivos. Normalmente, las resinas promotoras son polímeros y copolímeros catiónicos fabricados a partir de monómeros de cloruro de dimetildialilamonio (DADMAC), cloruro de metilalquilalilamonio o cloruro de dialilamonio (DAAC). Otros promotores útiles incluyen polímeros, tales como resinas de poliaminoamida, que incluyen resinas de poliaminoamida-epiclorhidrina, y cloruro de poli(dimetildialilamonio). Los ejemplos comerciales incluyen la línea de productos Kymene<sup>®</sup> de Hercules Incorporated. Otros ejemplos se pueden encontrar en las Patentes de Estados Unidos nº 7.270.727; 4.478.682; 4.278.794; 4.317.756; 5.470.742 y 6.554.961. La composición de encolado descrita contiene los componentes (a), (b) y (c) y agua (d), con los componentes (a), (b) y (c) que son los componentes activos. El componente (a) está presente entre el 30 aproximadamente y el 95 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales, el componente (b) está presente entre el 5 aproximadamente y el 70 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales y el componente (c) está presente entre el 2 aproximadamente y el 20 % en peso aproximadamente en base a los componentes activos totales. Esta composición se usa como formulación de agente de encolado para su uso en el encolado de papel o cartón corrugado. Los sólidos de la composición de encolado pueden oscilar entre el 5 % aproximadamente y el 45 % aproximadamente.

50 Una composición de prensa de encolado que se puede aplicar a papel o cartón corrugado en una prensa de encolado contiene los componentes (a) a (d) como en la composición de encolado anterior y al menos un aglutinante (componente (e)). El al menos un aglutinante está presente entre el 2 aproximadamente y el 12 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de prensa de encolado y el al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo (componente (a)) está presente entre el 0,15 aproximadamente y el 1 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de la prensa de encolado. Los componentes (b) y (c) están presentes en la composición de la prensa de encolado en la misma relación al componente (a) que se ha descrito anteriormente. Normalmente, el componente (a) está presente entre el 0,15 aproximadamente y el 1 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, el componente (b) está presente entre el 0,025 aproximadamente y el 0,8 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de la prensa de encolado y el componente (c) está presente entre el 0,01 aproximadamente y el 0,2 % en peso aproximadamente en base al peso total de la composición de la prensa de encolado. El contenido de sólidos puede oscilar entre el 2 % y el 12 % aproximadamente.

60 Normalmente, la composición de la prensa de encolado se aplica a papel o cartón corrugado entre 18 y 54 kg por tonelada (entre 40 y 120 libras por tonelada aproximadamente) de papel en base al peso seco total de los componentes (a), (b), (c) y (e), y más habitualmente entre 27 y 45 kg por tonelada (entre 60 aproximadamente y 100 libras por tonelada aproximadamente) de papel en base al peso seco total de los componentes (a), (b), (c) y (e).

65

El al menos un aglutinante (componente (e)) normalmente es una fécula o alcohol polivinílico o combinaciones de estos dos. La fécula puede ser catiónica, oxidada, etilada, anfótera, modificada hidrófobamente, así como cualquier otro tipo de fécula modificada. Las féculas pueden ser derivados de maíz, trigo, patatas, raíces de yuca, arroz y otras fuentes de fécula. La fuente de la fécula no está limitada siempre que sea adecuada para el tratamiento de papel o cartón corrugado y se pueda disolver en agua y aplicarse a papel o cartón corrugado. Normalmente, las féculas tienen viscosidades reducidas de manera que en una prensa de encolado se puedan usar soluciones con un contenido de sólidos superior al 6 % aproximadamente. La composición de la prensa de encolado también puede contener otros componentes, incluyendo sales, agentes de relleno, antiespumantes, biocidas, colorantes, pigmentos, ceras, agentes abrillantadores ópticos y combinaciones de estos componentes.

La composición de la prensa de encolado se aplica al papel en un aparato de prensa de encolado sobre la máquina de papel (en máquina) o en un aparato de prensa de encolado aparte (fuera de máquina). El papel encolado normalmente tiene un valor de encolado superior a 20 segundos, e incluso más habitualmente superior a 100 segundos, según se mide mediante el Ensayo de Encolado de Hercules (EEH). Valores de EEH más elevados representan más encolado. Normalmente, la composición de la prensa de encolado tiene un pH por debajo de 6 aproximadamente, y una temperatura entre 0 aproximadamente y 70 °C aproximadamente, más habitualmente entre 45 aproximadamente y 70 °C aproximadamente.

Un sustrato de papel que se haya encolado con una composición de encolado de acuerdo con la divulgación puede contener pulpa de madera triturada a base de madera blanqueada químicamente o una pulpa no a base de madera o una combinación de pulpas. Además, la pulpa se puede obtener en su totalidad o en parte de papel reciclado y productos de papel. La pulpa puede contener algo de pulpa sintética. La pulpa puede ser alguna combinación de tipos de pulpa, tales como madera dura y madera blanda o un cierto tipo de madera, tal como eucalipto. La pulpa puede ser pulpa de madera molida, pulpa mecánica, pulpa tratada química o térmicamente, pulpa de kraft, pulpa de sulfito o pulpa sintética o cualquier otra pulpa común usada en la industria del papel. El papel puede o puede no contener agentes de relleno inorgánicos, tales como carbonato de calcio o arcilla, y puede o puede no contener agentes de relleno orgánicos, agentes de encolado y otros aditivos añadidos en el extremo húmedo de la máquina de papel. El papel también puede contener aditivos de refuerzo, aditivos de retención, agentes de encolado internos y otros aditivos habituales en el papel, tales como alumbre.

Con respecto al papel encolado, el al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo (componente (a)) está presente en el papel en base al peso seco en una cantidad superior al 0,05 % en peso aproximadamente en base al peso del papel, el al menos un agente de encolado reactivo (componente (b)) está presente en el papel en base al peso seco en una cantidad superior al 0,02 % en peso aproximadamente en base al peso del papel, y la al menos una resina promotora (componente (c)) está presente en el papel en base al peso seco en una cantidad superior al 0,005 % en peso aproximadamente en base al peso del papel.

La divulgación se puede aplicar al tratamiento de encolado de una o ambas caras de papel o cartón corrugado. Cuando únicamente se trata una cara, todos los niveles anteriores relativos al papel serán la mitad de los valores mencionados.

El papel final puede contener otros aditivos incluidos en la formación del papel o aplicados junto con el tratamiento superficial con la composición de encolado o por separado al tratamiento superficial con la composición de encolado. Los aditivos aplicables son los que se utilizan en el papel. Incluyen pero no están limitados a los siguientes; agentes de relleno orgánicos e inorgánicos, tales como arcillas o pigmentos esféricos huecos; agentes abrillantadores ópticos, que también se conocen como adyuvantes blanqueadores fluorescentes; pigmentos; colorantes; aditivos de refuerzo, tales como poliamidoaminas; polímeros promotores de la adhesión, tales como látices acrílicos de estireno y polímeros a base de estireno y anhídrido maleico; ceras; y sales inorgánicas, tales como cloruro de sodio y cloruro de calcio.

Los métodos de aplicación de la composición de la prensa de encolado al papel o cartón corrugado no están limitados siempre que se obtenga una aplicación uniforme y controlada. El tratamiento se puede realizar a papel formado sobre una máquina de papel y a continuación solo secar parcialmente, o se puede realizar sobre una máquina de papel a papel seco o el tratamiento se puede realizar separado de la máquina de secado a papel formado, seco y movido. Un proceso típico es que se forme papel con una máquina de papel y se seque parcialmente. A continuación se aplica un tratamiento de encolado con una máquina de papel de prensa de encolado. A continuación, el papel se vuelve a secar. El papel se puede modificar adicionalmente por calandrado. La invención también es aplicable a la producción de otros tipos de papel donde se usan agentes de encolado de látex catiónicos para producir el encolado y donde la prensa de encolado trabaja a un pH por debajo de 7. Las calidades de papel aplicables son aquellas con pesos base de entre 50 y 350 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente entre 70 y 250 g/m<sup>2</sup>.

### Ejemplos

Los siguientes ejemplos son únicamente para fines ilustrativos y no limitan el ámbito de la divulgación.

En esta divulgación, el encolado y los agentes de encolado se definen en términos de su capacidad para resistir una solución de tinta de base acuosa usada en el Ensayo de Encolado de Hercules. Este ensayo se define a continuación. El encolado también se define mediante un ensayo de Cobb que se describe a continuación.

## 5 **Ensayo de encolado de Hercules**

Se pueden encontrar descripciones de diversos ensayos de encolado en The Handbook of Pulping and Papermaking, de Christopher J. Biermann, Academic Press (1996), San Diego, ISBN 0-12-097362-6; y Properties of Paper: An Introduction, ed. William E. Scott y James C. Abbott Tappi Press (1995), Atlanta, ISBN 0-89852-062-2. El Ensayo de Encolado de Hercules (EEH) usado en estos ejemplos está descrito por el método de Tappi T530. Para los resultados del ensayo presentados en esta divulgación, como penetrante se usó una solución que contiene el 1 % de colorante verde de naftaleno y el 1 % de ácido fórmico. El punto final del ensayo se ajustó a una reflectancia del 80 %.

## 15 **Ensayo de Cobb**

El ensayo de Cobb mide el encolado midiendo la cantidad de agua absorbida por una muestra de papel en un tiempo predeterminado mientras el papel se mantiene entre un anillo metálico y una placa. Un área de 100 cm<sup>2</sup> de papel se expone a 100 ml de agua con el agua a una altura de 1 cm. Antes del ensayo, el papel se corta y se pesa (12,5 × 12,5 cm aproximadamente). Para los ensayos de este documento, el agua se mantuvo sobre el papel durante un minuto. Después de verter el agua, el anillo se extrajo rápidamente y la muestra se colocó con la cara empapada sobre una hoja de papel secante. Se colocó una segunda hoja de papel secante encima de la muestra y se pasó un rodillo de mano de 10 kg una vez hacia delante y una vez hacia atrás sobre los papeles. Se debe tener la precaución de no ejercer presión sobre el rodillo. La muestra de papel se extrajo de los papeles secantes y se volvió a pesar. Los resultados se presentan como cantidad de agua absorbida en gramos por metro cuadrado de papel. Una descripción completa del ensayo y del equipo de ensayo está disponible en Gurley Precision Instruments (ver <http://www.gpi-test.com/cobb.htm>).

## 30 Preparación de las muestras

Se prepararon muestras de papel para los ejemplos siguientes con un método de laboratorio o con una máquina de papel piloto. Los procedimientos generales se describen en este documento. Los detalles específicos se enumeran con cada ejemplo.

35 Para el método de laboratorio, se prepararon con antelación papeles base en una máquina de papel comercial o piloto. Los papeles se prepararon sin ningún tratamiento de prensa de encolado – no se aplicaron fécula, agente de encolado, u otros aditivos a la superficie del papel formado. La pulpa usada para elaborar los papeles se preparó a partir de fuentes de papel reciclado. El peso base era de 139 g/m<sup>2</sup> y el nivel de encolado de EEH era de 5 segundos. Una vez preparados y secos, los papeles se almacenaron para su uso posterior. Para los experimentos descritos en este documento, los papeles se trataron en el Centro de Investigación de Hercules con una prensa de encolado de palas de sobremesa de laboratorio.

45 Las formulaciones de la prensa de encolado se prepararon disolviendo la fécula durante 45 minutos a 95 °C, enfriando, y manteniendo la fécula a 65 °C. El pH de la fécula se ajustó según los requisitos de los experimentos individuales. A la fécula se le añadieron otros aditivos descritos en cada ejemplo, y el pH se volvió a ajustar. A continuación, la solución de la fécula, aún a 65 °C se usó para tratar el papel. Para cada papel base usado, se determinó la cantidad de solución recolección a través de los rodillos y los niveles de aditivos se ajustaron en consecuencia.

50 La prensa de encolado consistía en un grupo horizontal de rodillos de pinzamiento de 25,4 cm (10 pulgadas); uno recubierto de caucho y otro metálico, a través de los cuales se introduce el papel. Una pala del tratamiento de la prensa de encolado estaba retenida por los rodillos y las presas en la parte superior de los rodillos. Los rodillos se mantuvieron juntos con 6 kg (14 libras) de presión de aire. El papel pasó a través de la pala a medida que era arrastrado por los rodillos, y a través de los rodillos, para dar un nivel de tratamiento controlado y uniforme. El papel se dejó reposar durante 30 segundos y a continuación se pasó a través de la prensa de encolado una segunda vez.

60 El nivel de tratamiento se controló con la concentración de los compuestos químicos de tratamiento en la solución de tratamiento que era una solución de fécula disuelta que contiene otros aditivos. Después de la segunda pasada a través de la prensa de encolado, el papel se recogió por debajo de los dos rodillos y se secó inmediatamente en una secadora de tambor a 210 °F (99 °C). El papel se secó hasta un nivel de humedad del 3-5 %. Después del secado, cada muestra se acondicionó por envejecimiento a temperatura ambiente durante cinco días (si la muestra contenía agente de encolado reactivo) y al menos un día (si la muestra no contenía agente de encolado reactivo). Se prepararon otras muestras usadas en los ejemplos siguientes en la máquina de papel piloto de Hercules. El papel se preparó en condiciones similares a las descritas anteriormente para las hojas base. La corriente de materia prima era una combinación de papel de cartón mayoritariamente reciclado con aproximadamente el 25 % de papel de revista reciclado, y el 15 % de papel de periódico reciclado. La pulpa se refinó hasta 350 CSF. Aproximadamente el

0,75 %, en base al papel final, consistía en fécula catiónica añadida en el extremo húmedo de la máquina de papel. El peso base del papel era de 138 g/m<sup>2</sup> y el calibre era de 224 µm (8,8 milésimas de pulgada).

5 En la máquina de papel, la primera sección de la secadora iba seguida de una prensa de encolado y a continuación otra sección de secadora y un grupo de rodillos de calandrado. Los tratamientos de la divulgación se aplicaron al papel en la prensa de encolado. Se usó un modo de prensa de encolado con pala. En el modo con pala, la solución líquida de tratamiento de la composición de la prensa de encolado se mantuvo a lo largo de los rodillos en forma de pala por los que el papel pasó a través de la pala y los rodillos. El proceso de la máquina piloto simula el proceso de una máquina de papel grande. Al igual que con los estudios de laboratorio, se usó una solución de fécula cocinada (disuelta) como vehículo para los compuestos químicos de tratamiento.

### Ejemplo 1

#### (Comparación del agente de encolado reactivo y no reactivo sin resina promotora)

15 Usando el método de prensa de encolado de sobremesa que se ha descrito anteriormente, se encoló la superficie de muestras de papel con dos látices catiónicos diferentes, y esos mismos látices se combinaron con un agente de encolado reactivo. Se usó una fécula de maíz oxidada como componente principal de la prensa de encolado. Se usó como solución al 10 % y la recolección final del papel fue del 61,5 %, lo que significa que el papel final contenía 6,15 g de fécula por 100 g de papel. El nivel de adición de los agentes de encolado en el papel final se indica en la tabla siguiente. La solución de la prensa de encolado se mantuvo a un pH de 6 aproximadamente. También se pasaron muestras donde el pH de la prensa de encolado era más bajo. El agente de encolado reactivo era agente de encolado superficial Hercules imPress® ST900, que es una emulsión dimérica que contiene un dímero líquido a base de un ácido graso insaturado.

25

TABLA 1

Muestra	Látex	pH de la prensa de encolado	Nivel de Látex (%)	Nivel de encolado de Rx (%)	EEH (s)	1" Cobb (g/m <sup>2</sup> )
1	nada	7,0	Nada	nada	2	145
2	A	6,0	0,1	nada	112	88
3	A	6,0	0,08	0,02	221	39
4	A	4,8	0,1	nada	301	29
5	A	4,8	0,08	0,02	336	25
6	B	6,0	0,1	nada	111	107
7	B	6,0	0,08	0,02	212	40
8	B	4,7	0,1	nada	221	70
9	B	4,7	0,08	0,02	245	31

Látex A = Glutini Pergluten K532 Látex B = Eka SP CE28

30 El rendimiento de encolado (como se mide mediante el EEH) de ambas muestras de látex mejoró a medida que se redujo el pH. Valores de EEH más elevados representan más encolado. Al mismo tiempo, los valores del ensayo de Cobb de un minuto eran más bajos. Números de Cobb más bajos representan más encolado. A pH 6, la adición de un agente de encolado reactivo en lugar de una fracción de cualquiera de los agentes de encolado de látex proporcionaron un incremento bastante grande del encolado como se observa por EEH más elevados y valores de Cobb más bajos. No obstante, a pH 4,8 o 4,7, el cambio con la adición de agente de encolado reactivo fue considerablemente inferior. Los resultados son consistentes con una caída de la eficiencia de los agentes de encolado reactivos a pH más bajos. A pesar de que son menos reactivos a un pH más bajo, el agente de encolado reactivo aportó cierta capacidad de encolado por encima de sólo látex catiónico.

35

### Ejemplo 2

#### (Agentes de encolado reactivos y no reactivos con y sin resina promotora)

40

De nuevo se volvieron a usar las mismas condiciones del Ejemplo 1. La recolección del papel de nuevo fue del 61,5 %. Se sometieron a ensayo papeles encolados con un látex polimérico, con el mismo látex y encolado reactivo, y el mismo látex y encolado reactivo más una resina promotora. La Tabla 2 enumera los resultados.

45

TABLA 2

Muestra	Látex	Prensa de encolado	Nivel de Látex (%)	Nivel de encolado de Rx (%)	Nivel de Promotor (%)	EEH (s)
1	nada	7,0	Nada	nada		18
2	A	5,0	0,1	nada	nada	227
3	A	5,0	0,1	0,02	nada	318
4	A	5,0	0,1	0,02	0,005	432

Látex A = Resina promotora Glutini Pergluten K532 si P(DADMAC)

La adición de un agente de encolado reactivo mejoró el encolado por encima de sólo látex polimérico. La adición de un bajo nivel de resina promotora en la Muestra 4 dio lugar de forma sorprendente a un incremento relativamente grande del valor de encolado usando el EEH.

5 **Ejemplo 3**

**(Agentes de encolado reactivos y no reactivos con resina promotora)**

10 En el mismo experimento que el mostrado en el Ejemplo 2, se añadieron varios compuestos diferentes que son útiles como resinas promotoras. El nivel de resina promotora en el papel en cada caso fue del 0,005 %. El látex era Pergluten K532 y se añadió a la prensa de encolado a un nivel para dar el 0,1 % en el papel. El agente de encolado reactivo imPress® ST900 se añadió a un nivel para dar el 0,02 % en el papel.

TABLA 3

Resina promotora	pH de la prensa de encolado	EEH (s)	1 min. Cobb (g/m <sup>2</sup> )
Nada	5,0	318	32
Promotor A	5,0	432	33
Promotor B	5,0	321	32
Promotor C	5,0	414	24
Promotor D	5,0	402	24
Promotor E	5,0	351	29
Promotor A = poli(cloruro de dimetildialilamonio) Promotor B = terpolímero de cloruro de dimetildialilamonio, ácido acrílico y clorhidrato de dialilamina Promotor C = una poliamidoamina comercializada como resina de refuerzo Kymene 557H Promotor D = una poliamidoamina comercializada como resina de refuerzo Kymene 736 Promotor E = un polímero formado a partir de dimetilaminopropilamina y epíclorhidrina			

15 Todas las resinas promotoras proporcionaron cierto incremento del encolado. Ciertas resinas promotoras proporcionaron un mayor incremento en el encolado EEH y otras tenían un mayor efecto sobre el encolado de Cobb. En particular, los agentes de encolado reactivos de resina de refuerzo húmeda Kymene 557H y Kymene 736 eran eficaces en mejorar el encolado medido por el ensayo de Cobb.

20

**Ejemplo 4**

**(Agentes de encolado reactivos y no reactivos con resina promotora)**

25 En un experimento similar al del Ejemplo 2, se añadieron diferentes niveles de resina promotora y de agente de encolado. El látex volvió a ser Pergluten K532® añadido al 0,1 % y el agente de encolado reactivo volvió a ser imPress® ST900. El pH de la prensa de encolado en cada caso fue de 5,0. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

TABLA 4

Nivel de Agente de encolado Rx (%)	Resina promotora	EEH (s)
Nada	Nada	213
0,02	Nada	243
0,02	0,005 % de P(DADMAC)	282
0,02	0,0075 % de P(DADMAC)	341
0,02	0,010 % de P(DADMAC)	362
0,02	0,005 % de resina promotora E-5131	309
0,02	0,0075 % de resina promotora E-5131	271
0,02	0,0075 % de Kymene 557H	347
0,02	0,0075 % de Kymene 736	469
0,035	Nada	385
0,035	0,009 % de P(DADMAC)	532
0,035	0,013 % de P(DADMAC)	550
0,035	0,013 % de resina promotora E-5131	407
0,035	0,013 % de Kymene 557H	540
0,035	0,013 % de Kymene 736	460

30

La resina de refuerzo húmeda Kymene® 557H y Kymene 736 son aditivos de refuerzo comerciales de poliamidoamina epíclorhidrina de Hercules Incorporated. La E-5131 es una resina promotora catiónica comercial a base de dicianidamida de Hercules Incorporated.

35 Al nivel más bajo de agente de encolado reactivo, un incremento en el nivel de cloruro de polidimetildialilamonio (P(DADMAC)) produjo un incremento en el nivel de encolado. El incremento del nivel de encolado reactivo también produjo más encolado. Al nivel más alto de agente de encolado reactivo, todas las resinas promotoras aún

proporcionaban un incremento en el encolado.

**Ejemplo 5**

**5 (Agentes de encolado reactivos y no reactivos con y sin resina promotora)**

Se volvió a llevar a cabo un experimento similar. Se sometieron a ensayo diferentes agentes de encolado de látex con agente de encolado reactivo imPress® ST900 y con y sin resina promotora de cloruro de polidimetildialilamonio (P(DADMAC)). Los resultados se muestran en la Tabla 5. En todos los casos, el pH de la prensa de encolado fue de 5,0, y el nivel de látex añadido fue del 0,15 % en el papel final en base al peso seco. En nivel de agente de encolado reactivo añadido en cada muestra fue del 0,03 % en el papel final en base al peso seco.

TABLA 5

Látex	Agente de encolado	Resina promotora	EEH (s)
Nada	No	No	20
A	No	No	394
A	Sí	No	516
A	Sí	Sí	619
B	No	No	377
B	Sí	No	492
B	Sí	Sí	617
C	No	No	589
C	Sí	No	506
C	Sí	Sí	675
D	No	No	425
D	Sí	No	491
D	Sí	Sí	631
Látex A = Basoplast PR8367 Látex B = Eka SP CE28 Látex C = Giulini Pergluten K532 Látex D = Agente de encolado de superficie Hercules imPress ST830			

15 Con cuatro agentes de encolado de látex polimérico diferentes, mediante la adición de un nivel relativamente bajo de resina promotora se obtuvo una mejora en el comportamiento frente a látex solo o látex con agente de encolado reactivo.

**Ejemplo 6**

**20 (Agentes de encolado no reactivos con y sin resina promotora)**

Se llevó a cabo un experimento similar donde un látex catiónico se sometió a ensayo con y sin una resina promotora de encolado reactiva, pero sin añadir agente de encolado reactivo. La presa de encolado se llevó a cabo a dos valores de pH diferentes. En todos los casos, el látex catiónico usado fue Pergluten K532 y se añadió a un nivel en la prensa de encolado para dar el 0,1 % en el papel final. También se usaron resinas promotoras diferentes y diferentes niveles de resinas promotoras. La Tabla 6 enumera los resultados.

TABLA 6

Resina promotora	Nivel de resina promotora (%)	pH de la prensa de encolado	EEH (s)
Nada	Nada	5,0	136
P(DADMAC)	0,005	4,9	155
P(DADMAC)	0,015	5,0	243
P(DADMAC)	0,025	4,9	322
Kymene® 25XL	0,005	5,0	186
Kymene 25XL	0,0,15	5,0	220
Kymene 25XL	0,025	5,0	245
Nada	Nada	7,0	83
P(DADMAC)	0,005	7,0	323
P(DADMAC)	0,015	7,0	202
Kymene 25XL	0,005	7,0	161
Kymene 25XL	0,015	6,9	170

30 Kymene 25XL es un aditivo catiónico de refuerzo de papel comercial de poliamidoamina epiclohidrina de Hercules Incorporated.

De forma bastante sorprendente, la adición de bajos niveles de resina promotora de encolado reactiva incrementó el encolado proporcionado por el látex catiónico. Las resinas promotoras, cuando se usan al mismo nivel pero sin látex catiónico, no proporcionaron ningún incremento en el encolado del papel.

5 **Ejemplo 7**

**(Máquina de papel piloto y formulaciones premezcladas)**

10 Se usó una máquina de papel piloto para evaluar muestras de la manera descrita anteriormente. Las muestras eran como sigue:

- 1) se mezclaron 100 g de látex catiónico (31 % de sólidos) con 33,7 g de agente de encolado imPress® ST900. La relación de polímero a dímero era de 4:1
- 15 2) se mezclaron 100 g de Látex catiónico A con 33,7 g de imPress® ST900 y 9,69 g de una solución al 20 % de P(DADMAC) en agua. Las relaciones de polímero a dímero a resinas promotoras eran de 16:4:1.
- 3) se mezclaron 306,7 g de Látex catiónico B (31 % de sólidos) con 100 g de agente de encolado imPress® ST900. La relación de polímero a dímero era de 4:1.
- 20 4) se mezclaron 306,7 g de Látex catiónico B con 100 g de imPress® ST900 y 28,8 g de una solución al 20 % de P(DADMAC) en agua. Las relaciones de polímero a dímero a resinas promotoras eran de 16:4:1.

Cada una de las muestras se añadió una solución de fécula de prensa de encolado de fécula oxidada al 8 % aproximadamente. Se sometieron a ensayo las soluciones de la prensa de encolado ajustadas a valores de pH diferentes. Las condiciones de la prensa de encolado se ajustaron para conseguir una adición de fécula al papel del 3,5 % y el 0,15 % de las premezclas de encolado en base al material activo (el nivel de sólidos del látex más el nivel de dímero en el agente de encolado reactivo más el nivel de resina promotora). Las mezclas de encolado se compararon a las muestras de látex catiónico añadidas al mismo 0,15 % en el papel.

La Tabla 7 enumera los resultados del encolado.

30

TABLA 7

Mezcla de encolado	pH de la prensa de encolado	EEH (s)	1" Cobb (g/m <sup>2</sup> )
Látex A	6,0	388	30
Premezcla 1	6,0	461	29
Premezcla 2	6,0	506	26
Látex B	6,0	218	29
Látex B	7,0	159	47
Premezcla 3	6,0	367	27
Premezcla 3	7,0	425	24
Premezcla 4	6,0	618	23
Premezcla 4	7,0	723	22
Látex A = Basoplast PR8367 Látex B = Eka SP CE28			

35 Se obtuvieron resultados similares a los estudios de la prensa de encolado de sobremesa. La adición de agente de encolado a látex catiónico mejoró el encolado, y la adición posterior de resina promotora proporcionó un incremento incluso superior. El Látex A solo proporcionaba 388 segundos en el ensayo de EEH, mientras que con el dímero en lugar de parte del látex, el encolado fue de 461 segundos, y con la resina promotora fue de 506 segundos. Las muestras se realizaron con una prensa de encolado a pH 6.

40 El encolado del Látex catiónico B se redujo a medida que el pH de la solución de la prensa de encolado se incrementó desde 6,0 a 7,0. Cuando el agente de encolado reactivo estaba presente en lugar de parte del látex, el encolado mejoró a pH 6 y pH 7. No obstante, la mejora fue superior a pH 7. Cuando con el látex estaban presentes tanto el agente de encolado como la resina promotora, el encolado mejoró lo máximo a pH 7, pero el encolado a pH 6 mejoró mucho más que sin la resina promotora.

45 Los resultados de encolado medidos por el ensayo de Cobb concordaban completamente con los resultados del EEH.

Los resultados en el Ejemplo 7 demuestran que se pueden premezclar el látex catiónico, la emulsión de encolado reactiva, y la resina promotora.

50 La descripción anterior ilustra y describe la presente divulgación. Además, la divulgación describe las realizaciones preferidas. Se debe entender que los cambios o modificaciones dentro del ámbito del concepto expresado en este documento, en consonancia con las enseñanzas anteriores y/o la experiencia o conocimientos de la técnica pertinente se consideran parte de la divulgación. Las realizaciones descritas anteriormente también pretenden

5 explicar los mejores modos conocidos de puesta en práctica de la divulgación, y permitir a otros expertos en la materia la utilización de la divulgación en dichas u otras realizaciones y con las diversas modificaciones necesarias por las aplicaciones o usos particulares desvelados en este documento. Por consiguiente, no se pretende que la descripción limite la divulgación a la forma desvelada en este documento. Además, está previsto que se interprete que las reivindicaciones adjuntas incluyen realizaciones alternativas.

En caso de inconsistencias, prevalecerá la presente divulgación.

10 El término "que comprende" y sus variaciones gramaticales se usan en el sentido inclusivo de "tener" o "incluir" y no en el sentido excluyente de "consistir únicamente en". Los términos "un" y "el" cuando se usan en esta memoria descriptiva se entiende que engloban el plural y el singular.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de prensa de encolado para el encolado de papel, que comprende:
  - 5 a) al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo,
  - b) al menos un agente de encolado reactivo,
  - c) al menos una resina promotora,
  - d) agua, y
  - 10 e) al menos un aglutinante,
 donde  
 el componente (a) está presente entre el 0,15 y el 1 % en peso en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, el componente (b) está presente entre el 0,025 y el 0,8 % en peso en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, el componente (c) está presente entre el 0,01 y el 0,2 % en peso en base al peso total de la composición de la prensa de encolado, y el componente (e) está presente entre el 2 y el 15 12 % en peso en base al peso total de la composición de la prensa de encolado.
2. La composición de la prensa de encolado de acuerdo con la reivindicación 1, donde el al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo es un polímero que tiene unidades monoméricas a base de estireno, acrilatos, o sus combinaciones.
 

20
3. La composición de la prensa de encolado de acuerdo con la reivindicación 1, donde el al menos un agente de encolado reactivo es una dispersión, una emulsión o un látex, y comprende un dímero de alquil ceteno o un anhídrido alquil succínico.
 

25
4. La composición de la prensa de encolado de acuerdo con la reivindicación 1, donde la al menos una resina promotora comprende al menos un polímero o copolímero catiónico que comprende unidades monoméricas a base de monómeros de cloruro de dimetildialilamonio (DADMAC), cloruro de metilalquilalilamonio o cloruro de dialilamonio (DAAC), o al menos un polímero catiónico que es una resina de poliaminoamida.
 

30
5. La composición de prensa de encolado de acuerdo con la reivindicación 1, donde el pH de la composición de prensa de encolado está por debajo de 6.
 

35
6. La composición de la prensa de encolado de acuerdo con la reivindicación 1, donde el al menos un aglutinante es una fécula.
 

40
7. Un método de producción de una composición de papel, que comprende: la aplicación de la composición de la prensa de encolado de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 a un papel o papel de cartón corrugado.
 

45
8. El método de producción de una composición de papel de acuerdo con la reivindicación 7, donde la composición de la prensa de encolado se aplica al papel sobre la máquina de papel o se aplica por separado en una prensa de encolado fuera de la máquina de papel.
 

50
9. Una composición de papel, que comprende: papel que se trata con una composición de una prensa de encolado para el encolado de papel que comprende:
  - (a) al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo,
  - (b) al menos un agente de encolado reactivo, y
  - (c) al menos una resina promotora,
 donde en base al peso seco  
 el componente (a) está presente en el papel en una cantidad superior al 0,05 % en peso en base al peso total de la composición de papel,  
 el componente (b) está presente en el papel en una cantidad superior al 0,02 % en peso en base al peso total de la composición de papel, y  
 55 el componente (c) está presente en el papel en una cantidad superior al 0,005 % en peso en base al peso total de la composición de papel.
10. La composición de papel de acuerdo con la reivindicación 9, donde el al menos un agente de encolado de superficie catiónica no reactivo es un polímero que tiene unidades monoméricas a base de estireno, acrilatos o sus combinaciones.
 

60
11. La composición de papel de acuerdo con la reivindicación 9, donde el al menos un agente de encolado reactivo es una dispersión, una emulsión o un látex, y comprende un dímero de alquil ceteno o un anhídrido alquil succínico.
 

65
12. La composición de papel de acuerdo con la reivindicación 9, donde la al menos una resina promotora comprende al menos un polímero o copolímero catiónico que comprende unidades monoméricas a base de monómeros de

cloruro de dimetildialilamonio (DADMAC), cloruro de metilalquilalilamonio o cloruro de dialilamonio (DAAC), o al menos un polímero catiónico que es una resina de poliaminoamida.

- 5 13. La composición de papel de acuerdo con la reivindicación 9, donde el papel es papel de cartón corrugado reciclado, y donde el papel tiene un peso base entre 100 y 200 g/m<sup>2</sup>.