

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 585 556**

51 Int. Cl.:

D21H 21/16 (2006.01)

D21H 17/55 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.03.2012** E 12712865 (0)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.05.2016** EP 2691572

54 Título: **Composiciones de encolado**

30 Prioridad:

31.03.2011 US 201161470140 P

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

06.10.2016

73 Titular/es:

SOLENIS TECHNOLOGIES CAYMAN, L.P.
(100.0%)
Mühlentalstrasse 38
8200 Schaffhausen, CH

72 Inventor/es:

EHRHARDT, SUSAN, M.

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

ES 2 585 556 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de encolado

5 **Introducción**

La presente invención se refiere a nuevas dispersiones acuosas de materiales hidrófobos usados en la industria del papel como agentes de encolado, por ejemplo, colofonia, ASA, AKD, etc. En particular, la presente invención se refiere a dispersiones acuosas que contienen partículas finamente divididas del agente de encolado y una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente que es una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter hidrosoluble, que sirve como el agente dispersante para las partículas finamente divididas en el agua. Las nuevas dispersiones acuosas de la presente invención presentan una mayor eficacia cuando se usan para encolar papel.

15 **Antecedentes**

Los agentes de encolado se usan en la industria del papel para conferir resistencia a agentes penetrantes acuosos en el papel y el cartón. Los productos principales usados para proporcionar la propiedad de encolado son colofonia, anhídrido alquenilsuccínico (ASA) y dímero de alquilcetena (AKD). Como estos materiales hidrófobos son insolubles en agua, normalmente se suministran a la máquina de papel como dispersiones acuosas. Esto facilita un buen mezclado con la suspensión de pulpa acuosa si se añaden antes de que se forme la hoja (denominado encolado interno); o con la solución de almidón si se añaden a la superficie de la hoja en una prensa de encolado (denominado encolado superficial).

Las dispersiones acuosas de estos materiales hidrófobos deben tener ciertas características para ser útiles para el encolado. Las emulsiones deben ser estables durante un tiempo suficiente para mantenerlas desde el punto de fabricación hasta la máquina de papel sin pérdida de propiedades, físicas o químicas. Además, las emulsiones deben incluir un medio de retención de las partículas hidrófobas en las superficies de las fibras.

La fabricación puede ser en la fábrica de papel (emulsión *in situ*), si el material hidrófobo es hidrolíticamente inestable (por ejemplo, ASA), o en una ubicación alejada de la fábrica de papel. En el caso de las dispersiones producidas en una ubicación alejada, los productos deben ser suficientemente ricos en sólidos como para reducir al mínimo los costes de envío, y suficientemente estables como para almacenarse durante un período de tiempo suficientemente prolongado, permitiendo el transporte y el almacenamiento en la ubicación de la fábrica.

Debido a estos requerimientos, la preparación de emulsiones de agentes hidrófobos de encolado de papel ha sido la base de numerosas patentes dirigidas a mejorar la estabilidad y/o la eficacia de encolado del producto. Por ejemplo, Edwards *et al.*, enseñan dispersiones estables de alto contenido de sólidos de dímero de cetena mediante la incorporación de ácidos carboxílicos hidrosolubles a un sistema de estabilización a base de almidón convencional (patente de EE.UU. n° 4.861.376); Blixt *et al.*, divulgan dispersiones de dímero de cetena con una mayor eficacia de encolado mediante el uso de almidones catiónicos con un mayor grado de sustitución (patente de EE.UU. n° 4.964.915); Aldrich divulga dispersiones estables de colofonia enriquecida usando resinas de aminopoliamida-epiclorhidrina catiónicas para la estabilización (patente de EE.UU. n° 3.966.654); Lauzon enseña la estabilización de dispersiones de colofonia enriquecida (patente de los EE.UU. n° 5.846.308) y agentes de encolado reactivos con la celulosa (patente de EE.UU. n° 6.315.824 B1) con un agente dispersante coacervado que comprende un componente aniónico y un componente catiónico para mejorar el rendimiento del encolado. Dumas enseña la adición posterior de polímeros catiónicos a las dispersiones de agentes hidrófobos de encolado reactivos con la celulosa para mejorar la eficacia del encolado (patente de EE.UU. n° 4.317.756); y Varnell (patente de EE.UU. n° 6.123.760) divulga la adición posterior de polímeros hidrosolubles modificados hidrófobamente a dispersiones acuosas de agentes hidrófobos de encolado del papel para mejorar la estabilidad.

Frolich *et al.*, (patente de EE.UU. n° 6.093.217) divulgan dispersiones acuosas de agentes de encolado reactivos con la celulosa estabilizados con un derivado de celulosa modificado hidrófobamente, aniónico, para proporcionar un mejor encolado en pastas de fabricación de papel que tienen una alta demanda catiónica y/o un alto contenido de extractos lipófilos, y/o máquinas de papel con un alto grado de cierre. En la memoria descriptiva, el derivado de celulosa modificado hidrófobamente se denomina inicialmente "agente dispersante modificado hidrófobamente", proporcionándose una larga lista de posibles opciones. Se dice entonces que la realización preferida de dicha invención también incluye un tensioactivo, lo que significa que el derivado de celulosa modificado hidrófobamente no está funcionando como un agente dispersante, sino como un estabilizador. Además, no se proporcionan ejemplos con "agente dispersante hidrófobamente modificado" alguno que no sea el derivado de celulosa hidrófobamente modificado aniónico.

Conner *et al.*, (patente de EE.UU. n° 6.183.550 B1) divulgan dispersiones acuosas de compuestos de encolado de papel estabilizados con un dispersante hidrosoluble que contiene "al menos dos grupos hidrófilos y al menos un grupo hidrófobo", en referencia a una clase de compuestos denominados "tensioactivos gemelos". Estos tensioactivos se pueden usar como se reciben o en combinación con almidón u otros dispersantes para preparar dispersiones acuosas.

Q-M Gu, *et al.*, (US 2010/014746 A1) divulgan poli(aminoamidas) modificadas hidrófobamente útiles como agentes fijadores de eliminación de la pegajosidad para adhesivos y control de cabeceo en los sistemas de fabricación de papel.

5 Sumario de la invención

Se ha encontrado que las poli(aminoamidas) modificadas hidrófobamente, en concreto las poli(aminoamidas) modificadas con alquilglicidiléter, se pueden usar para preparar dispersiones de agentes de encolado del papel hidrófobos que proporcionan una mayor eficacia de encolado.

10 Se divulga una composición de encolado del papel. La composición comprende una dispersión de un agente de encolado reactivo o no reactivo estabilizado con una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter, preparada como se divulga en el documento US2010/0147476. El pH se ajusta por debajo de 4,0 para proporcionar una mayor estabilidad de la composición. Las composiciones de encolado no contienen pulpa de madera ni celulosa.

15 Se divulga un método de preparación de composiciones de encolado. El método comprende 1) proporcionar una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; 2) diluir la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente hasta la concentración apropiada con agua; 3) mezclar el agente de encolado hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; y 4) homogenizar la mezcla usando cualquiera de los métodos conocidos. Las poli(aminoamidas) 20 modificadas hidrófobamente son poli(aminoamidas) modificadas con alquilglicidiléter.

Se divulga un método de preparación de composiciones de encolado estables. El método comprende 1) ajustar el pH de una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente, preferentemente poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter, por debajo de aproximadamente 4,0; 2) diluir la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente de pH 25 ajustado con agua hasta la concentración apropiada (las etapas 1 y 2 se pueden invertir); 3) mezclar un agente de encolado hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente de pH ajustado; y 4) homogenizar la mezcla usando cualquiera de los métodos conocidos. El ajuste del pH proporciona una mejor estabilidad de la composición final.

30 Descripción detallada de la invención

Se divulga una composición de encolado de papel. La composición comprende una dispersión de un agente de encolado reactivo o no reactivo estabilizado con una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente. El pH se ajusta 35 por debajo de 4,0 para proporcionar una mayor estabilidad a la composición. También se divulga un método de fabricación de la composición de encolado de papel. También se divulga un método de encolado del papel usando las composiciones de encolado de la presente invención.

En una realización, las composiciones de encolado se preparan 1) proporcionando una solución acuosa de poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; 2) diluyendo la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente hasta la 40 concentración apropiada; 3) mezclando un agente de encolado hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; y 4) homogenizando la mezcla usando cualquiera de los métodos conocidos.

Una realización de la invención proporciona una composición de encolado de papel que comprende dispersiones de un agente de encolado de papel hidrófobo que son estables y proporcionan una eficacia de encolado. Las 45 composiciones de encolado de papel estables contienen una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter, preparada como se divulga en el documento US2010/0147476 y un agente de encolado del papel hidrófobo.

En una realización las composiciones de encolado se preparan 1) ajustando el pH de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente por debajo de aproximadamente 4,0; 2) diluyendo la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente 50 de pH ajustado hasta la concentración apropiada (las etapas 1 y 2 se pueden invertir); 3) mezclando el agente de encolado hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente de pH ajustado; y 4) homogenizando la mezcla usando cualquiera de los métodos conocidos. El ajuste del pH proporciona una mejor estabilidad de la composición de encolado.

55 Aunque es técnicamente impreciso, los términos "dispersión" y "emulsión" se usarán indistintamente en el presente documento. El término "emulsión" se refiere a un sistema de dos fases con pequeñas gotas de líquido en un medio líquido continuo, y el término "dispersión" se refiere a un sistema de dos fases con partículas sólidas en un medio líquido continuo. El estado físico del agente de encolado depende de la naturaleza del agente de encolado y de la temperatura del sistema; los agentes de encolado comerciales pueden ser líquidos o sólidos. Por consiguiente, los 60 dos términos se usan indistintamente cuando se refieren a agentes de encolado comerciales de la industria del papel y de la presente patente.

Los compuestos de encolado del papel hidrófobos preferidos para la fase dispersa de la invención se seleccionan del grupo que consiste en compuestos de encolado del papel reactivos con la celulosa y compuestos de encolado 65 del papel no reactivos con la celulosa. Para los fines de la presente invención, agentes de encolado reactivos con la celulosa se definen como aquellos agentes de encolado que son capaces de formar enlaces químicos covalentes

mediante la reacción con los grupos hidroxilo de la celulosa, y agentes de encolado no reactivos con la celulosa se definen como aquellos que no forman estos enlaces covalentes con la celulosa.

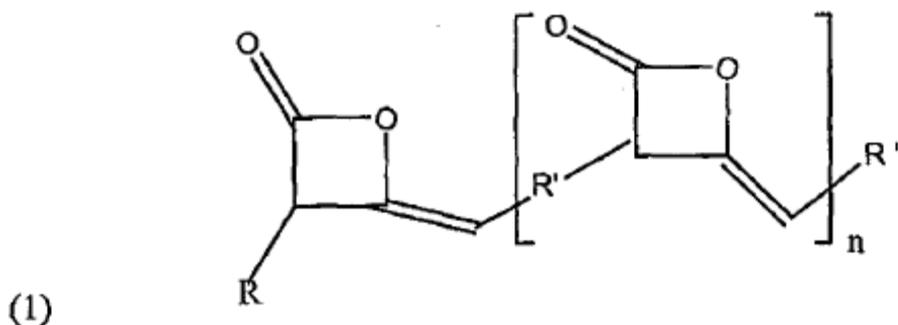
Agentes de encolado reactivos con la celulosa preferidos para su uso en la invención incluyen anhídridos alqueniilsuccínicos (ASA), dímeros de alquil-cetena (AKD) y multímeros, epóxidos orgánicos que contienen de aproximadamente 12 a 22 átomos de carbono, haluros de acilo que contienen de aproximadamente 12 a 22 átomos de carbono, anhídridos de ácido graso de ácidos grasos que contienen de aproximadamente 12 a 22 átomos de carbono e isocianatos orgánicos que contienen de aproximadamente 12 a 22 átomos de carbono. También se pueden usar mezclas de agentes de encolado reactivos. Los más preferidos son ASA y AKD.

Los anhídridos alqueniilsuccínicos (ASA) se componen de cadenas de hidrocarburos insaturados que contienen grupos de anhídrido succínico colgantes. Por lo general, se fabrican en un proceso de dos etapas a partir de una alfa-olefina. La olefina se isomeriza en primer lugar moviendo aleatoriamente el doble enlace desde la posición alfa. En la segunda etapa, la olefina isomerizada se hace reaccionar con anhídrido maleico, dando el ASA final. Las olefinas típicas usadas para la reacción con anhídrido maleico incluyen compuestos de alqueno, cicloalqueno y aralqueno que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono. Ejemplos específicos son anhídrido iso-octadeceniilsuccínico, anhídrido *n*-octadeceniilsuccínico, anhídrido *n*-hexadeceniilsuccínico, anhídrido *n*-dodeceniilsuccínico, anhídrido *i*-dodeceniilsuccínico, anhídrido *n*-deceniilsuccínico y anhídrido *n*-octeniilsuccínico.

Los anhídridos alqueniilsuccínicos ("ASA") se divulgan en la patente de EE.UU. nº 4.040.900, que se incorpora en el presente documento como referencia en su totalidad, y en C. E. Farley y R. B. Wasser en "The Sizing of Paper", segunda edición, editado por W. F. Reynolds, Tappi Press, 1989, páginas 51-62. Se puede encontrar en el mercado una variedad de anhídridos alqueniilsuccínicos.

Los anhídridos alqueniilsuccínicos usados por los fabricantes de papel contienen normalmente tensioactivos para facilitar su emulsión en agua. Los tensioactivos usados para la emulsión de los ASA son bien conocidos en la técnica. Tensioactivos adecuados incluyen, pero sin limitación, etoxilatos fosfatados, que pueden contener sustituyentes de hidrocarburo de alquilo, arilo, aralquilo o alqueno, productos sulfonados tales como los obtenidos de la sulfonación de alcoholes grasos o alcoholes grasos aromáticos, alquifenoles etoxilados tales como nonil-fenoxi-polietoxi-etanoles y octil-fenoxi-polietoxi-etanoles, polietilenglicoles tales como monooleato de PEG 400 y dilaurato de PEG 600, ésteres de fosfato etoxilados, dialquilsulfosuccinatos tales como dioctilsulfosuccinato de sodio, éteres de polioxialquilenalquilo o de polioxialquilenalquilarilo, o los mono- o di-ésteres correspondientes, y trialquilaminas, y su ácido y sales cuaternarias, así como hidratos de aminas tales como oleildimetilamina y estearildimetilamina. Los tensioactivos pueden estar presentes en los compuestos de encolado del papel hidrófobos usados en la presente invención en cantidades conocidas por los expertos en la técnica.

Dímeros y multímeros de cetena preferidos son materiales de fórmula (1), en la que *n* es un número entero de 0 a aproximadamente 20, *R* y *R*"', que pueden ser iguales o diferentes, son grupos alquilo o alqueno saturados o insaturados, de cadena lineal o ramificada, que tienen de 6 a 24 átomos de carbono; y *R*' es un grupo alqueno saturado o insaturado, cadena lineal o ramificada, que tiene de aproximadamente 2 a aproximadamente 40 átomos de carbono.



Los dímeros de cetena para uso como la fase dispersa en el proceso de la presente invención tienen la estructura de fórmula (1), en la que *n* = 0, y los grupos *R* y *R*"', que pueden ser iguales o diferentes, son radicales de hidrocarburo. Preferentemente los grupos *R* y *R*"' son grupos alquilo o alqueno de cadena lineal o ramificada, que tienen de 6 a 24 átomos de carbono, grupos cicloalquilo que tienen al menos 6 átomos de carbono, grupos arilo que tienen al menos 6 átomos de carbono, grupos aralquilo que tienen al menos 7 átomos de carbono, grupos alcarilo que tienen al menos 7 átomos de carbono, y mezclas de los mismos. Más preferentemente, el dímero de cetena se selecciona del grupo que consiste en (a) dímeros de octil-, decil-, dodecil-, tetradecil-, hexadecil-, octadecil-, eicosil-, docosil-, tetracosil-, fenil-, bencil-, β-naftil- y ciclohexil-cetena; y (b) dímeros de cetena preparados a partir de ácidos orgánicos seleccionados del grupo que consiste en ácido montánico, ácido nafténico, ácido 9,10-decilénico, ácido 9,10-

5 dodecilénico, ácido palmítoleico, ácido oleico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido eleosteárico, mezclas de origen natural de los ácidos grasos encontrados en el aceite de coco, aceite de babasú, aceite de almendra de palma, aceite de palma, aceite de oliva, aceite de cacahuete, aceite de colza, sebo de vaca, manteca de cerdo, grasa de ballena, y mezclas de cualquiera de los ácidos grasos mencionados anteriormente entre sí. Más preferentemente el dímero de cetena se selecciona del grupo que consiste en dímeros de octil-, decil-, dodecil-, tetradecil-, hexadecil-, octadecil-, eicosil-, docosil-, tetracosil-, fenil-, bencil, β -naftil- y ciclohexil-cetena.

10 Los dímeros de alquil-cetena se han usado comercialmente durante muchos años, y se preparan mediante la dimerización de las alquilocetenas fabricadas a partir de cloruros de ácidos grasos saturados de cadena lineal; los más ampliamente usados se preparan a partir ácido palmítico y/o ácido esteárico. Hay un dímero de alquil-cetena puro disponible como el agente de encolado AQUAPELT™ 364 (Hercules Incorporated Wilmington, Delaware).

15 Los multímeros de cetena preferidos para su uso como la fase dispersa en el proceso de la presente invención tienen la fórmula (2), en la que n es un número entero de al menos 1; R y R", que pueden ser iguales o diferentes, son grupos alquilo o alqueno saturados o insaturados, de cadena lineal o ramificada, que tienen de 6 a 24 átomos de carbono, preferentemente de 10 a 20 átomos de carbono, y más preferentemente de 14 a 16 átomos de carbono; y R' es un grupo alqueno saturado o insaturado, de cadena lineal o ramificada, que tiene de 2 a 40 átomos de carbono, preferentemente de 4 a 8 o de 28 a 40 átomos de carbono.

20 Los multímeros de cetena preferidos se describen en: la publicación de solicitud de patente europea nº 0629741 A1, y en las patentes de EE.UU. nº 5.685.815 y 5.846.663, estando todas ellas incorporadas en el presente documento como referencia en su totalidad.

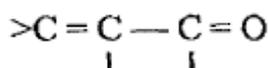
25 Entre los dímeros y multímeros de cetena preferidos para su uso como la fase dispersa en la invención están los que no son sólidos a 25 °C (sólido esencialmente no cristalino, semicristalino o ceroso, es decir, que fluyen al calentarse sin calor de fusión). Los dímeros y multímeros de cetena no sólidos a 25 °C se divulgan en las patentes de EE.UU. nº 5.685.815, 5.846.663, 5.725.731, 5.766.417 y 5.879.814, estando todas ellas incorporadas en el presente documento como referencia en su totalidad. Hay dímeros de cetena no sólidos a 25 °C disponibles como los agentes de encolado PREQUELT™ y PRECIS™ (Hercules Incorporated, Wilmington, Delaware).

30 Otros agentes de encolado preferidos reactivos con la celulosa para su uso como la fase dispersa en la invención son mezclas de dímeros o multímeros de cetena con anhídridos alqueno succínicos como los descritos en la patente de EE.UU. nº 5.766.417, que se incorpora en el presente documento como referencia en su totalidad.

35 Agentes de encolado no reactivos con la celulosa incluyen colofonias, por ejemplo, colofonia enriquecida y/o esterificada, ceras, ácidos grasos y derivados de ácidos de resina. Se prefiere la colofonia. La colofonia útil para la presente invención puede ser cualquier colofonia modificada y no modificada adecuada para encolar papel, incluyendo colofonia sin enriquecer, colofonia enriquecida y colofonia extendida, así como ésteres de colofonia, y sus mezclas y combinaciones.

40 La colofonia usada en la presente invención puede ser cualquiera de los tipos de colofonia disponibles en el mercado, tales como colofonia de madera, colofonia de goma, colofonia de aceite de resina, y mezclas de dos cualquiera o más, en su estado bruto o refinado. Se prefieren la colofonia de aceite de resina y colofonia de goma. También se pueden emplear las colofonias parcialmente hidrogenadas y las colofonias polimerizadas, así como las colofonias que han sido tratadas para inhibir la cristalización, tal como por tratamiento térmico o reacción con formaldehído.

Una colofonia enriquecida útil en la presente invención es el producto de reacción de adición de colofonia y un compuesto ácido que contiene el grupo



50 y se obtiene mediante la reacción de la colofonia y el compuesto ácido a temperaturas elevadas, de entre aproximadamente 150 C a aproximadamente 210 C.

55 La cantidad de compuesto ácido empleada será la cantidad que proporcione colofonia enriquecida que contenga del aproximadamente 1 al aproximadamente 16 % en peso del compuesto ácido aducto basado en el peso de la colofonia enriquecida. Los métodos de preparación de colofonia enriquecida son bien conocidos para los expertos en la técnica. Véanse, por ejemplo, los métodos divulgados y descritos en las patentes de EE.UU. nº 2.628.918 y 2.684.300, cuyas divulgaciones se incorporan en el presente documento como referencia.

60 Ejemplos de compuestos ácidos que se pueden usar para preparar la colofonia enriquecida incluyen los ácidos orgánicos alfa-beta-insaturados y sus anhídridos disponibles, cuyos ejemplos específicos incluyen ácido fumárico, ácido maleico, ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido itacónico, anhídrido itacónico, ácido citracónico y anhídrido

citracónico. Si se desea se pueden usar mezclas de ácidos para preparar la colofonia enriquecida. Así pues, por ejemplo, se puede usar una mezcla del aducto de ácido acrílico de la colofonia y el aducto de ácido fumárico para preparar las nuevas dispersiones de la presente invención. Además, se puede usar colofonia enriquecida que se haya hidrogenado esencialmente por completo después de la formación del aducto.

En la presente invención también se pueden usar diversos ésteres de colofonia de un tipo bien conocido por los expertos en la técnica. Los ésteres de colofonia ilustrativos adecuados pueden estar esterificados como se divulga en las patentes de EE.UU. nº 4.540.635 o 5.201.944, cuyas divulgaciones se incorporan en el presente documento como referencia.

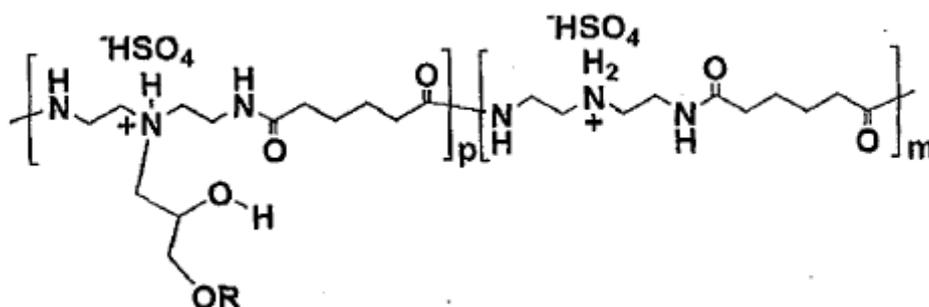
Si se desea, la colofonia enriquecida o no enriquecida, o los ésteres de colofonia, se pueden diluir mediante diluyentes conocidos tales como ceras (particularmente, cera de parafina y cera microcristalina); resinas de hidrocarburos, incluyendo las derivadas de hidrocarburos de petróleo y terpenos; y similares. Esto se realiza mediante la mezcla en estado fundido o la mezcla en solución con la colofonia o la colofonia enriquecida de aproximadamente 10 % al aproximadamente 100 % en peso, basado en el peso de la colofonia o de la colofonia enriquecida, del diluyente.

También se pueden usar mezclas de colofonia enriquecida y colofonia no enriquecida; y mezclas de colofonia enriquecida, colofonia no enriquecida, ésteres de colofonia y diluyente de colofonia. Las mezclas de colofonia enriquecida y no enriquecida pueden comprender, por ejemplo, de aproximadamente 25 % a 95 % de colofonia enriquecida y de aproximadamente 75 % a 5 % de colofonia no enriquecida. Las mezclas de colofonia enriquecida, colofonia no enriquecida y diluyente de colofonia pueden comprender, por ejemplo, de aproximadamente 5 % a 45 % de colofonia enriquecida, de 0 a 50 % de colofonia y del aproximadamente 5 % al 90 % diluyente de colofonia.

El componente de colofonia de las composiciones de la presente invención puede variar dependiendo del tipo y de la calidad del papel o cartón que se va a encolar, del equipo usado y de si el encolado es un encolado interno o de superficie.

Los dispersantes usados para preparar las composiciones de encolado de la presente invención son poli(aminoamida)s modificadas hidrófobamente. Dichos polímeros se preparan mediante modificación de poli(aminoamida)s hidrosolubles que contienen aminas con compuestos hidrófobos que contienen grupos funcionales reactivos, como se divulga en la solicitud de patente de EE.UU. nº 2010/014746 A1, cuyas divulgaciones se incorporan en el presente documento como referencia.

La composición general de una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter preferida como un dispersante para la presente invención tiene la siguiente fórmula:



en la que R es un grupo alifático u olefínico de cadena lineal o ramificada que tiene hasta 22 átomos de carbono y hasta 4 dobles enlaces, preferentemente 8-12; p representa las unidades de poli(aminoamida) distribuidas aleatoriamente que están modificadas por un alquilglicidiléter; m representa la poli(aminoamida) distribuida aleatoriamente sin modificar; p y m son números enteros en el intervalo de 10 a 1.000, más preferentemente de 20 a 500, lo más preferentemente de 80 a 100. La proporción de p/m está en el intervalo de 0,01 a 10, preferentemente de 0,05 a 0,25, más preferentemente de 0,08 a 0,2.

Se puede usar cualquier agente de reticulación difuncional o multifuncional para reticular la poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter para preparar materiales de mayor peso molecular para la presente invención. Ejemplos de dichos agentes de reticulación difuncionales o multifuncionales son: epihalohidrina, epiclорhidrina, diepóxido de alquilo, 1,3-butadieno, poliepóxido, alquildiglicidiléter, triglicidiléter de trimetilolpropano, diglicidiléter de neopentilglicol, diglicidil-1,2-ciclo-hexanocarboxilato, dihaloalcano, diclorometano, dicloroetano, 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano, alquildiisocianato, poliisocianato, polímeros a base de anhídrido maleico, tris(2,3-epoxipropil)isocianurato, diglicidiléter de 1,4-butanodiol, triglicidiléter de glicerol, diglicidiléter de polietilenglicol, dialdehídos, diacrilato de etilenglicol, metilénbisacrilamida, diacrilato de 1,4-butanodiol, diacrilato de bisfenol, diacrilato de polietilenglicol, diacrilato de hexanodiol, diacrilato de 1,10-decanodiol, acrilato de dicitlopentenilo,

metacrilato de dicitopenteno, polietoxi-metacrilatometacrilato, feniltioetil-acrilato, acrilamida polifuncional, acrilatos polifuncionales, metacrilatos polifuncionales, maleatos polifuncionales, un haluro de metal, cloruro de aluminio, bromuro de aluminio, tricloruro de indio, tricloruro de galio, pentacloruro de tántalo, tetracloruro de titanio, trifluoruro de boro, eterato de trifluoruro de boro, tricloruro de boro y cloruro de circonio.

5 Las composiciones de encolado de la presente invención se preparan proporcionando una fase acuosa que comprende la poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter. La fase acuosa se prepara mediante la dilución de la poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter hasta una concentración apropiada y ajustando el pH a un pH estable inferior a pH 4,0. Se prefiere un pH inferior a 3,5, y más preferentemente, un pH de entre 3,0 y 2,0. El ajuste del pH se puede realizar usando ácidos minerales u orgánicos. El ajuste del pH se puede realizar en el polímero puro antes de la dilución o en la fase acuosa.

15 La concentración apropiada de la poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter es el nivel mínimo necesario para preparar emulsiones estables, pero puede incluir resina adicional para lograr el rendimiento de la máquina de papel deseado. La concentración de poli(aminoamida) modificada hidrófobamente activa puede variar de 0,5 a 50 % basado en el agente de encolado hidrófobo (base de peso seco). El intervalo preferido es de 1 a 20 %. El intervalo más preferido es de 2 a 10 %, basado en el agente de encolado hidrófobo.

20 La fase acuosa puede incluir otros aditivos comunes para encolar emulsiones, tales como alumbre, antiespumantes, biocidas y otros agentes conservantes en las cantidades y usando técnicas conocidas por los expertos en la técnica.

25 La fase acuosa se combina con el agente de encolado de papel hidrófobo para formar una emulsión de aceite en agua espesa, denominada como la premezcla. La premezcla se somete entonces a cizallamiento suficiente para proporcionar una emulsión de aceite en agua esencialmente estable. Es conveniente aplicar suficiente cizallamiento por medio de un homogenizador, aunque el agente de dispersión de la presente invención permite el uso de un equipo considerablemente menos sofisticado, tal como un mezclador Waring. En una escala comercial, pasar la mezcla acuosa inestable mediante un homogenizador a una presión de aproximadamente 689,47 kPa (100 psig [7 kg/cm²]) a aproximadamente 55.158,06 kPa (8.000 psig [560 kg/cm²]), preferentemente de aproximadamente 13.789,51 kPa (2.000 psig [140 kg/cm²]) a aproximadamente 20.684,27 kPa (3.000 psig [210 kg/cm²]), proporcionará una emulsión esencialmente estable.

35 Los niveles de agente de encolado de papel hidrófobo y poli(aminoamida) modificada hidrófobamente en las dispersiones acuosas de la invención dependen, en parte, del agente de encolado que se use en particular, de las poli(aminoamida)s modificadas hidrófobamente particulares y de la aplicación prevista. Preferentemente, el nivel de agente de encolado hidrófobo es de aproximadamente 1 a aproximadamente 60 %, y más preferentemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 50 % (en base a peso seco).

40 Para formar la dispersión el agente de encolado de papel hidrófobo debe estar en un estado líquido. Si el agente de encolado de papel hidrófobo no es un líquido a temperatura ambiente, el estado líquido se puede lograr mediante el uso de temperaturas superiores al punto de fusión del agente de encolado de papel hidrófobo durante todo el proceso. Si el punto de fusión del agente de encolado de papel hidrófobo es superior al punto de ebullición del agua, el proceso se puede ejecutar a presión para permitir temperaturas por encima de 100 °C. Esto es necesario para la preparación, por ejemplo, de dispersiones de colofonia enriquecida. Un estado líquido también se puede lograr mediante la disolución del agente de encolado de papel hidrófobo en un disolvente. Después, se eliminaría el disolvente tras la homogenización. Dichos procesos son conocidos en la técnica y se divulgan, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n° 5.846.308.

50 Se pueden añadir otros aditivos tales como, pero sin limitación, antiespumantes, biocidas y otros conservantes, y alumbre a la dispersión estable de la presente invención en cantidades y usando técnicas conocidas por los expertos en la técnica.

55 El producto final es una dispersión del agente de encolado de papel hidrófobo estabilizada con poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter. El nivel de cizallamiento usado para preparar el producto final influirá en el tamaño de las partículas que comprenden la fase dispersa. Sin embargo, es posible lograr partículas relativamente pequeñas; siendo típicas las dispersiones con un tamaño medio de partícula de aproximadamente 0,3 μm . El producto es de viscosidad relativamente baja < 50 mPa.s (<50 cps), con una buena estabilidad física. El producto es estable al cizallamiento, según lo indicado por un ensayo de estabilidad con bomba de laboratorio. El pH final de la emulsión debe ser inferior a aproximadamente pH 3.

60 Las emulsiones de la presente invención son físicamente estables. Para los fines de la presente patente, se dice que una dispersión es físicamente estable si la viscosidad no supera los 400 mPa.s (400 cps) durante 4 semanas de almacenamiento a 32 °C. Las dispersiones de dímero de cetena de la presente invención también son químicamente estables. Se dice que una dispersión es químicamente estable si la pérdida de ensayo no es superior al aproximadamente 10 % durante 4 semanas de almacenamiento a 32 °C. Ensayo se refiere a la cantidad de dímero de cetena presente en la formulación de la emulsión inicial. Con el tiempo el dímero de cetena puede reaccionar con el agua, formando lo que se conoce comúnmente como la dicetona, que resulta en una pérdida de ensayo. La

dicetona no es un agente de encolado eficaz, por lo que es deseable mantener esta pérdida al mínimo.

Ejemplos de dicetonas incluyen 16-hentriacontanona, dipentadecil-cetona, palmitona, pentadecil-cetona, 18-pentatriacontanona, di-*n*-heptadecil-cetona, diheptadecil-cetona, heptadecil-cetona, estearona, y mezclas de las mismas.

Las composiciones de encolado preparadas mediante la presente invención se pueden usar en el encolado interno, en el que las composiciones de encolado se añaden a la suspensión de pulpa en el acabado en húmedo del proceso de fabricación del papel, o en el encolado superficial, en el que las composiciones de encolado se aplican en la prensa de encolado o el revestidor. La presente invención también se puede usar en una o ambas partes de un sistema de encolado de dos partes. Por ejemplo, una parte puede mezclarse internamente con la pulpa de madera y una segunda parte aplicarse en la prensa de encolado, una práctica común en la fabricación de papel.

La cantidad de composición de encolado de la presente invención ya sea añadida a la pasta o aplicada como un encolado superficial es de aproximadamente 0,005 a 5 % en peso de agente de encolado hidrófobo activo, basado en el contenido seco de la pasta, es decir, fibras y carga opcional, y preferentemente de 0,01 a 1 % en peso. La dosificación depende principalmente de la calidad de la pulpa o del papel que se vaya encolar, del compuesto del encolado usado y del nivel de encolado deseado.

Las composiciones de encolado preparadas mediante la presente invención son más eficaces en algunos sistemas de fabricación de papel que los agentes de encolado convencionales, tales como los estabilizados con almidón catiónico. Se cree que la mayor carga catiónica y el tamaño de partícula normalmente más pequeño mejora la retención y la distribución del agente de encolado hidrófobo activo en el papel o el cartón. Estas mejoras dan lugar a una mayor eficacia de encolado, reduciendo la cantidad de agente de encolado hidrófobo activo necesaria para cumplir cualquier objetivo de encolado dado. En algunas realizaciones de la invención, la cantidad de agente de encolado hidrófobo activo se puede reducir en al menos un 25 % o más en comparación con el uso del agente de encolado estabilizado con almidón o almidón catiónico convencional. En algunas realizaciones de la invención la cantidad de agente de encolado hidrófobo activo se puede reducir en al menos un 30 % o más.

En combinación con los agentes de encolado de la presente invención, se pueden usar los productos químicos añadidos convencionalmente a las pastas de producción de papel o de cartón, tales como coadyuvantes de elaboración (por ejemplo, agentes de retención, adyuvantes de drenaje, aditivos para el control de contaminantes, etc.) u otros aditivos funcionales (por ejemplo, aditivos de refuerzo en húmedo o en seco, colorantes, agentes abrillantadores ópticos, etc.).

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se dan con el fin de ilustrar la presente invención. Todas las partes y los porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

En los siguientes ejemplos las evaluaciones del encolado se realizaron usando una máquina de papel a escala piloto diseñada para simular una Fourdrinier comercial, incluyendo la preparación de la pasta, el refinado y el almacenamiento. La pasta se suministró por gravedad desde la tina de alimentación a un tanque de pasta de nivel constante. Desde ahí se bombeó la pasta a una serie de mezcladores en línea en los que se añadieron aditivos de acabado en húmedo, y a continuación, a la bomba de pasta primaria. Se diluyó las materias primas con agua blanca en la bomba de paletas hasta aproximadamente un 0,2 % de sólidos. Se podrían realizar otras adiciones de productos químicos a la pasta de entrada o de salida de la bomba de paletas. Se bombeó la pasta desde la bomba de paletas principal a una bomba de paletas secundaria, donde se podrían realizar adiciones de productos químicos a la pasta de entrada, a continuación, a un separador de flujo y a la pala, en la que se depositó sobre la rejilla del Fourdrinier de aproximadamente 30 cm (12 pulgadas). Inmediatamente después de su deposición sobre la rejilla se deshidrató la hoja al vacío a través de tres cajas de vacío; la consistencia del lecho normalmente fue del 14 al 15 %.

Se transfirió la hoja húmeda desde el lecho a un fieltro de recogida en húmedo accionado con motor. En este punto se extrajo el agua de la hoja y del fieltro mediante cajas Uhle de vacío accionadas desde una bomba de vacío. Se deshidrató aún más la hoja en una prensa de un solo fieltro y salió de la zona de prensa con un 38-40 % de sólidos.

Se realizaron las evaluaciones en una pasta de papel liner reciclada simulada, usando una mezcla de medio reciclado (80 %) y papel de periódico antiguo (20 %) con un grado de refinado según la norma canadiense de 350 cm³ con lignosulfonato de sodio al 2,75 % añadido para simular los residuos aniónicos. La dureza y la alcalinidad fueron de aproximadamente 126 ppm y de aproximadamente 200 ppm, respectivamente. Los niveles de adición de todos los aditivos se dan en porcentaje en peso basado en el peso seco de la fibra. Se añadió almidón de maíz dentado catiónico al 0,3 % (Sta-Lok 300, Tate & Lyle) a la pasta espesa antes de la adición del agente de encolado. No se usaron otros aditivos de acabado en húmedo a menos que se indique lo contrario. La temperatura de la pasta se mantuvo a 55 °C. El pH de la caja de entrada se controló a 7,5 con sosa cáustica a menos que se indique lo contrario.

Se formó una hoja de 171 g/m² (105 lb/3.000 resma ft²) y se secó sobre siete cilindros secadores hasta aproximadamente el 7 % de humedad (temperatura de la superficie de los cilindros secadores de 90 °C) y se pasó a través de una sola línea de contacto de una calandra de 5 líneas de contacto y 6 rodillos. Se midieron el encolado HST (ensayo de encolado Hércules, véase el Método Tappi T530 om-02) y Cobb (Método Tappi T441 om-04) de un cartón envejecido de manera natural en una sala de TC (50 % de humedad relativa, 25 °C) durante un mínimo de 7 días.

Emulsión de AKD de control: agente de encolado Hereon® 115, una emulsión estabilizada con almidón catiónico, potenciada, de dímero de alquilcetena (Hercules Incorporated, Wilmington DE.).

Emulsión de colofonia de control: agente de encolado Hi-pHase 35, una emulsión estabilizada con resina catiónica de colofonia añadida (Hercules Incorporated, Wilmington DE.).

Poli(aminoamida) modificada con alquil C8-glicidiléter (C8-AGE-MPA): disponible en Hercules Incorporated como Agente de control de contaminantes Hercules PTV D-38470 (Hercules Incorporated, Wilmington DE.). 32 % de sólidos totales.

Poli(aminoamida) modificada con alquil C12-glicidiléter (C12-AGE-MPA): preparada como se describe en el Ejemplo 1 de la solicitud de patente de EE.UU. n° 2010/0147476 A1.

Poli(aminoamida) modificada con alquil C16-glicidiléter (C16-AGE-MPA): preparada usando el procedimiento que se describe en la solicitud de patente de EE.UU. n° 2010/0147476 A1. El procedimiento detallado es el siguiente: se cargó una solución de poli(aminoamida) (Hercules Incorporated, Wilmington, DE, AN04 Polymer, 50 %, 100 g) en un matraz de reacción de 250 ml dotado de un agitador mecánico, termopar y una trampa Dean Stark. Se calentó la solución hasta 170 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 3 horas con agitación. Se extrajo el agua con la trampa Dean Stark y se retiró. Se enfrió el contenido hasta 160 °C y se cargó alquil C16-glicidiléter (HAGE 16, 98 %, Sachem, Austin, TX, 7,33 g, 10 % en moles basado en los moles de amina usada) durante 5 minutos. La mezcla resultante se agitó a 140 °C durante 2 horas. Después de la reacción se diluyeron los materiales en agua, se ajustó el pH con H₂SO₄ al 50 % y se mezcló hasta que se homogenizó, proporcionando una solución de sólidos al 22,0 % en peso con un pH de 6,7.

Ejemplo 1: Preparación de dispersiones de AKD estables de acuerdo con la invención

Se prepara una fase acuosa mediante la disolución de 5,52 partes de C8-AGE-MPA en 79,38 partes de agua, y ajustando el pH a 3,0 con ácido sulfúrico al 10 %. Se calienta la fase acuosa hasta 80-85 °C. Se añaden 15 partes de agente de encolado Aquapel 364 (disponible en Hercules Incorporated, Wilmington DE) a la fase acuosa caliente, mientras se agita. Se homogeniza la premezcla resultante en una sola pasada a través de un homogenizador a 20.684,27 kPa (3.000 psi). Se enfría el producto homogenizado hasta la temperatura ambiente y se añaden 0,1 partes de alumbre. El producto final es de un 16,6 % de sólidos totales, con un pH de 3,1, un tamaño medio de partícula de 0,31 micrómetros y una viscosidad inicial de Brookfield de 5 mPa.s (5 cps). Después de 4 semanas a 32 °C la viscosidad permanece invariable.

Ejemplo 2: Variación del nivel de C8-AGE-MPA

Se prepararon dispersiones de AKD como en el Ejemplo 1, usando el agente de encolado Aquapel 203 (disponible en Hercules Incorporated, Wilmington DE), variando la cantidad de C8-AGE-MPA usada para preparar la fase acuosa. Las formulaciones y las características del producto son como se indican en la Tabla 1. La calidad de la emulsión (tamaño de partícula, estabilidad) mejora a medida que se aumenta el nivel de resina por encima del aproximadamente 0,5 % basado en la emulsión total (o del aproximadamente 1,5 % basado en la fase dispersa).

Tabla 1. Nivel de HMPA superior a aproximadamente 0,5 % basado en la emulsión total necesario para una buena estabilidad

Ingredientes:		A	B	C
AKD		30,0 pph	30,0	30,0
C8-AGE-MPA		5,7	2,9	1,4
agua		64,3	67,1	68,6
Propiedades:				
Sólidos totales, %		32	31	31
Tamaño medio de partícula, um		0,28	0,5	1,15
Viscosidad, mPa.s				

(continuación)

Recién fabricada 1 semana	9 11	6	6 separando
------------------------------	---------	---	----------------

Ejemplo 3: Preparación de dispersiones de colofonia estables de acuerdo con la invención

5 Preparación del aducto: se hace reaccionar ácido fumárico, 70 partes al 99 % de sólidos, a temperaturas elevadas con colofonia de aceite de resina, 930 partes. Se disuelve el ácido fumárico en la colofonia fundida y reacciona con la misma, proporcionando un producto de reacción. Una vez que esencialmente todo el ácido fumárico ha reaccionado con la goma de colofonia, se deja enfriar el producto de reacción hasta la temperatura ambiente (aproximadamente 23 °C). El producto es una mezcla compuesta de colofonia no modificada y el producto de
10 reacción de colofonia-ácido de fumárico, o aducto. El producto de reacción contiene ácido fumárico al 7 % en peso, que se ha hecho reaccionar esencialmente por completo.

Preparación de la emulsión: se prepara la fase oleosa disolviendo 145,78 partes de aducto en 145,78 partes de cloruro de metileno. Se prepara la fase acuosa mediante la disolución de 23,99 partes de C8-AGE-MPA en 184,8
15 partes de agua, y el ajuste del pH a 3,0 con ácido sulfúrico al 98 %. Se mezclan la fase acuosa y la fase oleosa a fondo, proporcionando una emulsión de aceite en agua espesa. Se homogeniza la emulsión espesa usando un equipo de ultrasonidos de laboratorio. El producto es una emulsión de aceite en agua de excelente estabilidad. Se retira esencialmente todo el cloruro de metileno de la emulsión de aceite en agua por destilación a presión reducida, proporcionando una dispersión acuosa que se hace pasar a través de un filtro de pintura. La suspensión acuosa,
20 tras haber pasado a través del filtro, tiene un contenido de sólidos del 43,3 %, un pH de 2,7, un tamaño medio de partícula de 0,29 um y una viscosidad recién fabricada de 18 mPa.s (18 cps) que se reduce ligeramente al envejecer a 32 °C, cayendo hasta 15 mPa.s (15 cps) tras 4 semanas.

Ejemplo 4: Preparación de dispersiones de colofonia estables con alumbre adicional

25 A 67 partes de una dispersión de colofonia tal como la preparada en el Ejemplo 3 se añadieron 23 partes de alumbre y 10 partes de agua, con agitación suave. La mezcla resultante resultó ser estable con una viscosidad recién fabricada de 10 mPa.s (10 cps), que no cambió al envejecer durante 4 semanas a 32 °C.

Ejemplo 5: Preparación de emulsiones de ASA de acuerdo con la invención

Se disolvieron 2,2 partes de C8-AGE-MPA en 291,8 partes de agua, se ajustó el pH a 3,0 con ácido sulfúrico al 98 %. Se añadieron 6 partes de agente de encolado Prequel 1000 (un ASA disponible en Hercules Incorporated, Wilmington DE; el Prequel 1000 contiene un bajo nivel de tensioactivo para facilitar la emulsión) a esta solución, y se procesó la mezcla en un mezclador Waring a alta velocidad durante 2 min. La emulsión resultante resultó ser
35 homogénea y tener un tamaño medio de partícula de 0,62 um. Las emulsiones de ASA se usan inmediatamente después de su preparación, porque el ASA es inestable hidrolíticamente. Por lo tanto, no se monitoriza la estabilidad a largo plazo.

Ejemplo 6: Mejor rendimiento de encolado de las dispersiones de AKD

Se evaluó la dispersión de AKD del Ejemplo 1 en una composición de fabricación de RLB, como se ha descrito anteriormente. El agente de encolado de la presente invención resultó ser más del 30 % más eficaz que el control.

45 Tabla B. Los agentes de encolado de la presente invención son más eficaces en RLB que en las emulsiones de AKD convencionales.

Agente de encolado	% añadido	HST*	Ensayo de Cobb
		Media (segundos)	Media (g/m ³)
blanco	0,00	1	413,5
Ej. 1	0,075	11	178,5
Ej. 1	0,100	19	143,0
Ej. 1	0,150	67	51,0
Hercon 115	0,075	9	270,5
Hercon 115	0,100	9	270,0
Hercon 115	0,150	30	126,0

Se envejeció la muestra durante 7 días antes de medir el valor de HST y de Cobb.

50 Se midió HST usando tinta de ácido fórmico al 20 %/reflectantes al 80 %, media de 5 repeticiones. El ensayo de Cobb se midió usando agua y remojo de 2 minutos, media de 2 repeticiones.

Ejemplo 7: Emulsiones de agentes de encolado reactivos fabricadas con C12-AGE-MPA y C16-AGE-MPA

Se preparó una emulsión de Aquapel 203 como en el Ejemplo 2A usando una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter alternativa. Las características del producto son como se indican en la Tabla 2. Tabla 2. Las resinas de HMPA alternativas funcionan bien

Propiedades:	A	B
	C8-AGE-MPA	C16-AGE-MPA
Sólidos totales, %	32	32
Tamaño medio de partícula, um	0,28	0,3
Viscosidad, mPa.s		
Recién fabricada	9	--
1 semana	11	8

Se preparó una emulsión de ASA como en el Ejemplo 5 usando C12-AGE-MPA. En este caso, se disolvieron 36,6 partes de C12-AGE-MPA en 203,4 partes de agua, se ajustó el pH a 3,0 con ácido sulfúrico al 98 %, y se añadieron 60 partes Prequel 1000. La emulsión se procesó como en el Ejemplo 5. La emulsión resultante era homogénea y tenía un tamaño medio de partícula de 0,59 um.

Ejemplo 8: Dispersiones de AKD preparadas sin ajuste del pH de la fase acuosa

Se prepararon dispersiones de Aquapel 364 como en el Ejemplo 1, sin ajuste de la fase acuosa. El pH natural de la fase acuosa era de 5,1. El pH de la emulsión final, tras la adición de alumbre, era de 3,4. La emulsión no resultó ser estable a 32 °C.

Tabla 3. Las emulsiones fabricadas a pH natural no son estables

Propiedades:	A	B
	pH ajustado	pH natural
Sólidos totales, %	16,6	16,5
Tamaño medio de partícula, um	0,3	0,31
pH	2,8	3,4
Viscosidad, mPa.s		
Recién fabricada	6	4
1 semana, 32 °C	4	gelificada
2 semana, 32 °C	9	gelificada

A: de acuerdo con la invención; B: referencia, no de acuerdo con la invención

Ejemplo 9: Dispersiones de AKD preparadas usando otras resinas como dispersantes

Se prepararon dispersiones de Aquapel 364 como en el Ejemplo 1, sustituyendo otras resinas catiónicas por poli(aminoamida)s modificadas con alquilglicidiléter, como se indica en la Tabla 4. Reten 203 es poliDADMAC al 20 % de sólidos (disponible en Hercules Incorporated, Wilmington DE).

Tabla 4. Otras resinas catiónicas no producen productos estables

Propiedades:	A	B
	C8-AGE-MPA	Reten 203
Sólidos totales, %	16,6	16,6
Tamaño medio de partícula, um	0,3	0,91
pH	2,8	2,6
Viscosidad, mPa.s		
Recién fabricada	6	16
1 semana, 32 °C	4	318
2 semana, 32 °C	9	gelificada

A: de acuerdo con la invención; B: referencia, no de acuerdo con la invención.

Ejemplo 10: Mejora del rendimiento de las dispersiones de colofonia

El aducto se preparó siguiendo el mismo procedimiento esbozado en el Ejemplo 3, sustituyendo el anhídrido maleico

por el ácido fumárico y la goma de colofonia por la colofonia de aceite de resina. La emulsión se preparó como en el Ejemplo 3, a excepción del uso del aducto de anhídrido maleico de goma de colofonia en lugar del aducto de ácido fumárico de TOR.

- 5 Se evaluó el rendimiento del encolado en una composición de fabricación de RLB como se ha descrito anteriormente a excepción de que se añadió alumbre al 0,5 % a la suspensión de pulpa con el agente de encolado de colofonia disperso, y el pH de la caja de entrada se controló a 6,8.

10 Tabla 5. Los agentes de encolado de colofonia dispersos de la presente invención son al menos un 25 % más eficaces que la tecnología del producto existente en RLB:

		ENSAYO DE COBB	HST
		nº de repeticiones 2	nº de repeticiones 5
		2 min/Agua	Tinta de FA al 10 %/refl. al 80 %
		Lado del fieltro	Lado del fieltro
		g/m ³	segundos
Agente de encolado	% DE ADICIÓN	Media	Media
Blanco	0,000	279	1
Hi-pHase 35	0,350	207	13
Hi-pHase 35	0,550	121	50
Hi-pHase 35	0,700	97	47
Hi-pHase 35	1,000	41	125
Ejemplo 10	0,350	156	26
Ejemplo 10	0,550	54	73
Ejemplo 10	0,700	40	97
Ejemplo 10	1,000	34	175

Ejemplo 11. Mejor rendimiento de encolado de las emulsiones de ASA

- 15 Se evaluó la emulsión del Ejemplo 5 en una composición de fabricación de RLB, como se ha descrito anteriormente, a excepción de que se añadió alumbre al 0,2 % a la suspensión de pulpa inmediatamente antes del agente de encolado. El control en el presente ejemplo fue una emulsión de ASA fabricada en un mezclador Waring como en el Ejemplo 5, a excepción del uso de un almidón líquido (Prequel 630 disponible en Hercules Inc, Wilmington DE) para estabilizar la dispersión, que no hubo ajuste del pH de la fase acuosa y que se usó una proporción de ASA con respecto al almidón (en seco) de 3:1. Las emulsiones de ASA del presente ejemplo son más eficaces para el encolado de Cobb que este producto estabilizado con almidón convencional.
- 20

Tabla 6. Las emulsiones de ASA de la presente invención son más eficaces que los productos estabilizados con almidón en RLB.

25

		ENSAYO DE COBB	ENSAYO DE COBB
		nº de repeticiones 2	nº de repeticiones 2
		2 min/Agua	30 min/Agua
		g/m ³	g/m ³
AGENTE DE ENCOLADO	% DE ADICIÓN	Media	Media
Blanco		336,0	528,0
Estabilizado con almidón	0,150	109,0	237,5
Estabilizado con almidón	0,200	70,5	158,5
Estabilizado con almidón	0,300	41,0	107,0
Ejemplo 5	0,150	115,0	343,0

ES 2 585 556 T3

Ejemplo 5	0,200	44,0	128,5
Ejemplo 5	0,300	31,0	85,5

REIVINDICACIONES

1. Una composición de encolado de papel acuosa que comprende un agente de encolado de papel hidrófobo homogenizado con una fase acuosa que comprende una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; en la que la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente es una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter hidrosoluble; en la que el pH de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente está ajustado por debajo de pH 4,0; y en la que la viscosidad de la composición, preferentemente, no supera los 400 mPa.s (400 cps) durante 4 semanas de almacenamiento a 32 °C.
2. La composición de la reivindicación 1, en la que el agente de encolado de papel hidrófobo está seleccionado del grupo que consiste en compuestos de encolado de papel reactivos con celulosa, compuestos de encolado de papel no reactivos con celulosa y mezclas de los mismos.
3. La composición de la reivindicación 1 o 2, en la que el peso seco de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente es de 0,5 a 50 % basado en el peso seco del agente de encolado de papel hidrófobo activo.
4. La composición de la reivindicación 3, en la que el peso seco de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente es de 1 a 20 % basado en el peso seco del agente de encolado de papel hidrófobo.
5. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en la que el agente de encolado de papel hidrófobo está seleccionado del grupo que consiste en anhídrido alquenilsuccínico (ASA), dímero de alquil-cetena (AKD), dímeros de cetena, multímeros de cetena, epóxidos orgánicos que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, haluros de acilo que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, anhídridos de ácido graso de ácidos grasos que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, isocianatos orgánicos que contienen de 12 a 22 átomos de carbono y mezclas de los mismos.
6. La composición de la reivindicación 5, en la que el agente de encolado de papel hidrófobo está seleccionado del grupo que consiste en un anhídrido alquenilsuccínico, un dímero de alquil-cetena y combinaciones de los mismos.
7. La composición de la reivindicación 2, en la que el agente de encolado de papel no reactivo con la celulosa está seleccionado del grupo que consiste en colofonia no modificada, colofonia enriquecida, éster de colofonia, colofonia hidrogenada, colofonia extendida, cera, resinas de hidrocarburos y mezclas de los mismos.
8. La composición de la reivindicación 7, en la que el agente de encolado de papel no reactivo con la celulosa comprende colofonia enriquecida.
9. Un método de preparación de una composición de encolado que comprende:
- preparar una fase acuosa que comprende una solución diluida de una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; en la que la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente es una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter hidrosoluble; y en la que el pH de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente está ajustado por debajo de 4,0;
 - mezclar al menos un agente de encolado de papel hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente acuosa para formar una mezcla; y
 - homogenizar la mezcla para formar una emulsión de aceite en agua estable; en la que la viscosidad de la emulsión preferentemente no supera los 400 mPa.s (400 cps) durante 4 semanas de almacenamiento a 32 °C.
10. Un método de encolado de papel que comprende:
- preparar una fase acuosa que comprende una solución diluida de una poli(aminoamida) modificada hidrófobamente; en la que la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente es una poli(aminoamida) modificada con alquilglicidiléter hidrosoluble; y en la que el pH de la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente está ajustado por debajo de 4,0;
 - mezclar un agente de encolado de papel hidrófobo con la poli(aminoamida) modificada hidrófobamente acuosa para formar una mezcla;
 - homogenizar la mezcla para formar una emulsión de aceite en agua estable; en la que la viscosidad de la emulsión preferentemente no supera los 400 mPa.s (400 cps) durante 4 semanas de almacenamiento a 32 °C; y
 - aplicar el agente de encolado de papel hidrófobo emulsionado a pulpa de madera.
11. El método de la reivindicación 9 ó 10, en el que el agente de encolado de papel hidrófobo está seleccionado del grupo que consiste en compuestos de encolado de papel no reactivos con celulosa, compuestos de encolado de papel reactivos con celulosa y mezclas de los mismos.
12. El método de cualquiera de las reivindicaciones 9-11, en el que el agente de encolado de papel hidrófobo está seleccionado del grupo que consiste en anhídrido alquenilsuccínico (ASA), dímero de alquil-cetena (AKD), dímeros de cetena, multímeros de cetena, epóxidos orgánicos que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, haluros de acilo que contienen de 12 a 22 átomos de carbono, anhídridos de ácido graso de ácidos grasos que contienen de 12 a 22

átomos de carbono, isocianatos orgánicos que contienen de 12 a 22 átomos de carbono y mezclas de los mismos.

5 13. El método de la reivindicación 11, en el que el agente de encolado de papel hidrófobo es un compuesto reactivo con la celulosa, seleccionado del grupo que consiste en un anhídrido alquenilsuccínico, un dímero de alquil-cetena y combinaciones de los mismos.

10 14. El método de la reivindicación 11, en el que el agente de encolado de papel hidrófobo es un agente de encolado de papel no reactivo con la celulosa, seleccionado del grupo que consiste en colofonia no modificada, colofonia enriquecida, éster de colofonia, colofonia hidrogenada, colofonia extendida, cera, resinas de hidrocarburos y mezclas de los mismos.

15. El método de la reivindicación 14, en el que el agente de encolado de papel no reactivo con la celulosa comprende colofonia enriquecida.