

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 059**

51 Int. Cl.:

C09J 103/06 (2006.01)

C09J 103/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.07.2016** **E 16305966 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.01.2019** **EP 3275960**

54 Título: **Composición adhesiva a base de almidón para unir capas de láminas multicapa de papel tisú**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.05.2019

73 Titular/es:

BOSTIK SA (100.0%)
253 avenue du Président Wilson
93210 La Plaine Saint Denis, FR

72 Inventor/es:

MULLER-SELLAK, SAIDA y
BÜTEROWE, FRANK

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 712 059 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

Composición adhesiva a base de almidón para unir capas de láminas multicapa de papel tisú

La presente invención se refiere a una composición adhesiva para unir capas de láminas multicapa de papel tisú, que comprende al menos un almidón acetilado, al menos un espesante a base de celulosa y urea, así como a su uso para la unión de capas, en vista de la fabricación de láminas multicapa de papel tisú.

Las láminas multicapa (o láminas de múltiples capas), típicamente comercializadas en forma de rodillo, de modo que los rodillos de papel higiénico son láminas de papel tisú que comprenden al menos dos capas, es decir, al menos dos unidades (o pliegues o capas) de papel tisú. El término "papel higiénico" abarca toallas de papel, papel sanitario, toallas de uso doméstico, toallitas de mano, pañuelos y servilletas.

Estas láminas multicapa se fabrican generalmente de acuerdo con métodos tales como procedimientos de producción de estampado en relieve implementados en plantas industriales que operan continuamente a alta velocidad (generalmente a una velocidad de 600 metros por minuto). Estos métodos incluyen la unión de al menos dos capas, generalmente tres o cuatro capas, mediante un adhesivo adecuado, antes de conformar, por ejemplo, en forma de rodillo al enrollar alrededor de una manga de cartón rígido.

La composición adhesiva debe tener un agarre de alta velocidad, a fin de garantizar la productividad de la planta industrial.

Incluso aunque se contemplan otras composiciones en la bibliografía, las composiciones adhesivas acuosas que comprenden poli(alcohol vinílico) (PVOH) son ampliamente utilizadas para unir sustratos fabricados de papel, cartón o madera, en particular láminas multicapa de papel tisú.

La composición de adhesivo sintético a base de PVOH es un adhesivo convencional ampliamente utilizado para unir de dos a cinco capas. Esta composición adhesiva está generalmente en forma de concentrado líquido para su dilución en el lugar, dependiendo de las necesidades de las instalaciones industriales. La mezcla para esta dilución se lleva a cabo ventajosamente dentro de un período de tiempo relativamente corto. Sin embargo, esta composición adhesiva tiene el inconveniente de ensuciar u obstruir a menudo los cilindros metálicos u otros elementos de la maquinaria utilizados para la fabricación de láminas multicapa. Este ensuciamiento es dañino porque causa la detención de la línea y es particularmente difícil de eliminar.

Se han sometido a ensayo algunas composiciones adhesivas a base de almidón. Sin embargo, deben cocerse antes de su uso y, con el tiempo, aparece un problema de resistencia de la unión resultante o un problema de estabilidad. Por ejemplo, la patente de los Estados Unidos 6.379.447 proporciona una composición adhesiva para papel delgado, que comprende una fase continua de 15 a 50% en peso de al menos un polisacárido dispersado en agua, preparándose la fase continua de polisacárido por cocción (temperatura 70°C - 200°C) y dispersión. Un ejemplo comparativo IX, presentado en la Tabla 2, columnas 11 y 12, describe una composición adhesiva que tiene 12% de sólidos (que consta de dos partes de almidón ceroso degradado con enzima propilada y 1 parte de almidón ceroso entrecruzado). Esta composición adhesiva no presenta ninguna resistencia de unión resultante.

Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad de una composición adhesiva para capas de unión de láminas multicapa de papel tisú, fácil de utilizar en plantas industriales existentes, y que tenga resultados de unión al menos del mismo valor que aquellos de las composiciones adhesivas a base de PVOH comerciales.

La presente invención pretende proporcionar una nueva composición adhesiva que cumpla estos criterios.

Uno de los objetos de la invención es una composición adhesiva en forma seca, para unir capas de láminas multicapa de papel tisú, comprendiendo dicha composición:

- Al menos un almidón acetilado, teniendo el almidón acetilado un porcentaje de acetilación dentro de un intervalo de 0,1 a 8% en peso con respecto al peso total del almidón acetilado; en una cantidad dentro del intervalo de 70 a 80% en peso con respecto al peso total de la composición;

- Al menos un espesante a base de celulosa en una cantidad dentro del intervalo de 2 a 5% en peso, con respecto al peso total de la composición; y

- Urea en una cantidad dentro del intervalo de 15 a 25% en peso con respecto al peso total de la composición.

El porcentaje de acetilación del almidón acetilado normalmente es proporcionado el fabricante del almidón acetilado. Este porcentaje de acetilación generalmente se mide mediante un método químico tal como la norma ISI (International Starch Institute) ISI-14e (1999). "Determinación del contenido de acetilo" (que utiliza una mezcla de reactivos entre los que se incluyen hidróxido de sodio, ácido clorhídrico y fenoltaleína en etanol) o, alternativamente, por el método enzimático ISO (International Standard Organization) ISO 11213 (1995) "Determinación del contenido de acetilo - método enzimático" (que utiliza ácido clorhídrico y coenzima A (CoA)) para contenidos de acetilo de hasta 2%.

Como es sabido por los expertos en la técnica, el almidón acetilado también es un almidón despolimerizado, ya que la reacción de acetilación que ocurre generalmente hace que las cadenas de polímero sean más cortas. En realidad, la despolimerización parcial debe ocurrir simultáneamente con la acetilación. Por lo tanto, los almidones acetilados también se llaman almidones despolimerizados acetilados.

5 La acetilación del almidón se lleva a cabo por medio de anhídrido acético (o ácido acético) de acuerdo con las condiciones bien conocidas por los expertos en la técnica, como se describe, por ejemplo, en el documento de patente US 2.362.282 al que se hace referencia aquí.

De acuerdo con la invención, el almidón acetilado tiene un porcentaje de acetilación (% de acetilo) dentro de un intervalo de 0,1 a 8%, más preferiblemente dentro de un intervalo de 0,5 a 4% en peso con respecto al peso total del almidón acetilado. Esto corresponde a un grado de sustitución (DS) de alrededor de 0,01 a 0,33%, definiéndose el DS por:

$$DS = \frac{162 \times (\% \text{ acetilo})}{4.300 - (42 \times \% \text{ acetilo})}$$

15 Ventajosamente, el almidón acetilado de acuerdo con la invención es generalmente soluble en agua fría (es decir, presenta una solución sustancialmente homogénea sin grumos, una vez disuelta en agua a una temperatura de aproximadamente 20°C). Esto está vinculado al hecho de que tiene un valor de acetilo de 0,1-8% en peso. Esta solubilidad en frío del almidón acetilado representa una de las ventajas de las composiciones adhesivas de acuerdo con la invención.

La determinación de la solubilidad en agua fría del almidón acetilado se llevó a cabo mediante un procedimiento específico siguiendo el método de EASTMAN y MOORE (1984) descrito, por ejemplo, en el documento US 4.465.702. De hecho, una muestra de almidón se mezcla con agua destilada a 23°C en una jarra de mezcladora, la mezcla se centrifuga, se evapora una alícuota del líquido sobrenadante y se pesan los residuos. La solubilidad en agua fría es el porcentaje máximo en peso del almidón que se puede mezclar en la solución sin grumos, es decir, que el almidón se hincha y se dispersa rápidamente en agua para formar una pasta viscosa fluida.

Los almidones acetilados de acuerdo con la invención muestran de 20 a 40% de solubilidad en agua fría. Los más preferidos son aquellos que muestran una solubilidad en agua fría de aproximadamente el 30%.

30 Preferiblemente, el almidón acetilado está presente en una cantidad dentro del intervalo de 75 a 78% en peso con respecto al peso total de la composición.

Preferiblemente, el espesante a base de celulosa está presente en una cantidad dentro del intervalo de 2 a 3% en peso con respecto al peso total de la composición.

Preferiblemente, la urea está presente en una cantidad de 18 a 22% en peso con respecto al peso total de la composición.

35 De acuerdo con la invención, el "espesante a base de celulosa" es un espesante que comprende una parte importante de celulosa o derivado de celulosa o sus sales. Como ejemplos de derivados de celulosa que pueden emplearse de acuerdo con la invención, se pueden mencionar los éteres de celulosa tales como los hidroxialquil éteres de celulosa solubles en agua, p.ej., hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa e hidroxibutilcelulosa, tales como las que se pueden obtener mediante la acción de óxido de alquileo o clorhidrina de alquileo sobre celulosa alcalina. Adicionalmente, se pueden emplear derivados de celulosa, tales como aquellos que se pueden obtener por eterificación de celulosa con alcohol de glicina y otros compuestos que contienen un radical óxido de alquileo, o con clorhidrina de glicerol y otros compuestos que producen éteres de celulosa en los que un radical éter contiene más de un grupo hidroxilo. Los ejemplos de otros derivados de celulosa que pueden emplearse de acuerdo con la invención son carboxialquil éteres de celulosa, p.ej., carboxi-metil celulosa.

45 Un espesante a base de celulosa preferido es la sal de sodio de carboximetilcelulosa (Na-CMC), tal como el producto comercial Akucell® AF 2985 de Akzo Nobel (número CAS 9004-32-4).

De acuerdo con la invención, el almidón acetilado tiene una viscosidad, a un extracto seco de entre 12,5 y 14,5% (medido por ejemplo con un refractómetro de extractos sólidos) y a un pH comprendido en el intervalo de 5 a 7, en el intervalo de 60 a 200 mPa.s, medido por un aparato Brookfield con un husillo RV2, a una velocidad de 20 rpm ("revoluciones por minuto") y a una temperatura de 23°C.

50 Preferiblemente, el almidón acetilado se elige entre los almidones que comprenden de 73 a 87% de amilopectina y de 13 a 27% de amilosa.

Por consiguiente, el almidón acetilado se elige preferiblemente entre los almidones de patata acetilados, los almidones de maíz acetilados y los almidones de trigo acetilados. Más preferiblemente, el almidón acetilado es un almidón de patata acetilado.

5 La composición adhesiva puede comprender adicionalmente de 1 a 2% en peso de biocida, en peso con respecto al peso total de la composición.

La composición adhesiva puede comprender adicionalmente de 0,2 a 0,5% en peso de desespumante, en peso con respecto al peso total de la composición.

El biocida y el desespumante son compuestos que son bien conocidos por los expertos en la técnica.

10 La composición adhesiva de acuerdo con la invención es preferiblemente adecuada para el contacto con productos alimenticios, es decir, generalmente cumple con las regulaciones de contacto con alimentos que son bien conocidas por los expertos en la técnica.

La composición adhesiva de acuerdo con la invención está preferiblemente en forma de polvo, usualmente para diluirse en agua o en un medio acuoso.

15 La composición adhesiva en forma de polvo de acuerdo con la invención se obtiene generalmente mezclando el almidón, el espesante a base de celulosa y la urea, el biocida opcional y el desespumante opcional, todos en forma de polvo, o pulverizados como solución acuosa sobre la mezcla de polvos. Por ejemplo, todos los componentes en forma de polvo se mezclan por medio de un mezclador dinámico hasta que se alcanza la homogeneidad, y adicionalmente se solubilizan en agua.

20 Otro objeto de la invención es una composición adhesiva líquida acuosa para unir capas de láminas multicapa, comprendiendo dicha composición de 15 a 25% en peso de almidón acetilado, de 0,4 a 2% en peso de espesante a base de celulosa y de 3 a 8% en peso de urea, en peso con respecto al peso total de la composición.

Preferiblemente, el almidón acetilado está presente en una cantidad dentro del intervalo de 18 a 22% en peso con respecto al peso total de la composición.

25 Preferiblemente, el espesante a base de celulosa está presente en una cantidad dentro de un intervalo de 0,5 a 0,8% en peso con respecto al peso total de la composición.

Preferiblemente, la urea está presente en una cantidad de 4 a 6% en peso con respecto al peso total de la composición.

La composición adhesiva acuosa puede comprender adicionalmente de 0,2 a 0,6% en peso de biocida, en peso con respecto al peso total de la composición.

30 La composición adhesiva acuosa puede comprender adicionalmente de 0,04 a 0,16% en peso de desespumante, en peso con respecto al peso total de la composición.

Preferiblemente, la composición adhesiva líquida acuosa tiene un valor de pH de 5 a 7, más preferiblemente de 5 a 6.

35 Esta forma líquida comercial corresponde generalmente a un producto concentrado "*listo para ser diluido*" que contiene generalmente de 10 a 40% de extracto seco, por ejemplo, de 24-26% en peso con respecto al peso total de dicha composición adhesiva líquida acuosa. Este producto concentrado se puede transportar y almacenar fácilmente hasta su uso. Una dilución de este producto concentrado generalmente se realiza inmediatamente antes de su uso en instalaciones industriales hasta que se obtiene un extracto seco en general dentro de un intervalo promedio de 1 a 10% en peso. Esta forma líquida diluida se denomina "*Listo para utilizar*".

40 Cualquiera que sea la forma de la composición adhesiva, generalmente se utiliza después de una dilución de la composición adhesiva líquida acuosa (que a menudo se encuentra en forma "*lista para ser diluida*") o por dilución de la forma seca, generalmente un polvo, en agua, lo importante es que la composición adhesiva que se utiliza para la unión es la composición "*Listo para utilizar*".

45 La composición adhesiva "*lista para ser diluida*" de acuerdo con la invención preferiblemente comprende, en porcentaje en peso con respecto al peso total de dicha composición adhesiva:

- Almidón acetilado 8 al 32%
- Espesante a base de celulosa 0,1 a 1%
- Urea 1 al 7%

- Biocida	0,1 al 0,5%
- Desespumante	0,1 al 0,5%
- Agua	60 al 90%

El almidón acetilado es preferiblemente almidón de patata acetilado.

Las composiciones adhesivas de acuerdo con la invención, ya sea en forma seca o en forma acuosa, mostraron ventajosamente una excelente solubilidad en agua fría, proporcionando la ventaja de una fácil dilución y un corto tiempo de mezclado para obtener una solución homogénea requerida por los procedimientos de producción industrial.

Las composiciones adhesivas de acuerdo con la invención muestran propiedades de formación de película claramente mejoradas, como se ilustrará en los ejemplos.

La composición adhesiva líquida *"lista para ser diluida"* de acuerdo con la invención se fabrica generalmente de una manera conocida por los expertos en la técnica, normalmente disolviendo la composición adhesiva en forma seca en agua, o, preferiblemente, disolviendo el almidón y el espesante en una solución acuosa que comprende agua y urea, en forma más o menos concentrada. En este caso, se puede proceder más a menudo de dos maneras diferentes. De la primera manera, se procede a una adición del polvo de almidón y el espesante, generalmente en aerosol; se añade la urea, hasta que la mezcla es homogénea; y la mezcla resultante se agita con agitación vigorosa para obtener un vórtice, en una mezcla de biocida de agua y desespumante. En el segundo caso, el almidón se disuelve en una mezcla de agua y biocida, hasta que la mezcla es homogénea; se añade urea, hasta que la mezcla es una mezcla homogénea; se añade el espesante hasta que la mezcla es una mezcla homogénea; se añade el desespumante; y la mezcla resultante se deja bajo agitación hasta que la solución homogénea esté sustancialmente libre de grumos.

Otro objeto de la invención es el uso de una composición adhesiva de acuerdo con la invención, para la unión de capas de láminas multicapa de papel tisú.

En este método de unión se utilizan aparatos industriales convencionales en uso. El único cambio es que la composición adhesiva a base de PVOH industrial convencional se reemplaza por la composición adhesiva de acuerdo con la invención.

Una ventaja significativa de la invención es su mayor impacto en el procedimiento industrial. En realidad, la limpieza de la composición adhesiva que atasca u obstruye el cilindro metálico u otros elementos de la máquina, es significativamente más fácil y más eficaz en comparación con la limpieza de formulaciones convencionales basadas en PVOH. Una consecuencia es que proporciona ventajosamente paradas de mantenimiento más cortas y, por lo tanto, una mayor productividad del método de unión de varias capas.

Otro objeto de la invención es un método para unir múltiples capas utilizando la composición adhesiva acuosa de acuerdo con la invención, y enrollar las láminas multicapa alrededor de una parte en forma de manga elaborada de mandril o tira de cartón para formar rodillos de láminas multicapa.

Las técnicas de la presente invención se entenderán fácilmente al considerar la siguiente descripción detallada junto con los dibujos adjuntos, en los cuales:

Las figuras 1 y 2 ilustran los experimentos de laboratorio del autor de la presente solicitud.

La Figura 1 muestra esquemáticamente el encolado de una placa de acero inoxidable sumergiéndola en un baño de composición adhesiva.

La Figura 2 muestra esquemáticamente el recubrimiento de una lámina multicapa de papel tisú que contiene 4 láminas con la composición adhesiva de acuerdo con el procedimiento de la Figura 1.

La Figura 3 es una representación esquemática de un método para elaborar láminas multicapa de papel tisú, comprendiendo dicho método unir cuatro capas de láminas multicapa de papel tisú de acuerdo con la invención.

La Figura 4 muestra los resultados en términos de viscosidad con respecto a la tasa de dilución, para una composición comparativa y para una composición de acuerdo con la invención.

La Figura 5 muestra los resultados en términos de contenido de extracto seco con respecto a la tasa de dilución, para una composición comparativa y para una composición de acuerdo con la invención.

Para facilitar la comprensión, se han utilizado números de referencia idénticos, cuando es posible, para designar elementos idénticos que son comunes a las Figuras. Los dibujos no están necesariamente a escala y las dimensiones respectivas de los diversos elementos en los dibujos se representan esquemáticamente y no

necesariamente a escala.

Las figuras 1, 2, 4 y 5 se comentan en los ejemplos a continuación.

La Figura 3 es una representación esquemática de un método para elaborar láminas multicapa de papel tisú, comprendiendo dicho método unir cuatro capas de láminas multicapa de papel tisú de acuerdo con la invención.

- 5 En la implementación de la Figura 3 se describe un aparato que sirve para estampar y combinar cuatro capas 4, 5, 6, 7 de papel tisú en forma de un entramado fibroso, y que funciona de la siguiente manera.

10 Dos capas 6, 7 se combinan y se envían a un rodillo de estampado 10 inferior a través de un rodillo de enrollado 13. Las dos capas 6, 7 se estampan con una misma línea de contacto y, por lo tanto, están provistas del mismo patrón de estampado que consiste en salientes de estampado. Posteriormente, las capas 6, 7 se recombinan en un rodillo Marrying que es un rodillo de diseño 20.

Mientras tanto, dos capas adicionales 4, 5 se alimentan a través de un rodillo de enrollamiento 12 a un rodillo de estampado superior 11 y también se estampan combinadas. Posteriormente, también se introducen en el rodillo de diseño 20.

15 El rodillo de aplicación de cola 30 está provisto para aplicar la composición adhesiva a la capa superior de las capas 4, 5. Debe observarse que el rodillo de diseño 20 también puede corresponder a un rodillo de estampado adicional para aplicar un patrón de estampado adicional a todas las capas 4 a 7. Posteriormente, las capas 4, 5 se fijan a las capas 6, 7 anteriormente mencionadas en el rodillo Marrying 40. La lámina de cuatro capas 8 resultante, que comprende las cuatro capas en relieve 6, 7, 4, 5, se descarga a continuación del aparato y se enrolla adicionalmente alrededor de una parte en forma de manga elaborada de mandril o tira de cartón para formar rodillos de láminas multicapa (etapa no representada).

20

Los siguientes ejemplos ilustran la invención sin limitar su alcance.

Ejemplos

25 Los ejemplos relacionados con la unión de cuatro láminas, modelan la fabricación de láminas de cuatro capas de papel tisú, utilizando dos composiciones adhesivas diferentes: una composición adhesiva de acuerdo la invención INV y una composición adhesiva C basada en PVOH comparativa de acuerdo con la técnica anterior (uso industrial convencional).

30 El almidón acetilado que se utilizó de acuerdo con la invención es el producto Sobex 222 comercializado por Südstärke (Schrobenhausen, Alemania). Este producto se presenta como un almidón de patata despolimerizado altamente sustituido, en forma de granulados blancos amorfos. Las especificaciones de dicho almidón son un porcentaje de acetilación alrededor de 2 – 2,5%, un contenido de extracto seco de alrededor de 87% (medido por un luminómetro infrarrojo), un contenido de humedad de alrededor de 11%, un valor de pH de alrededor de 5 a 7 (medido a un contenido de 13,5% en peso de agua del grifo) y una viscosidad a 85°C de alrededor de 50 a 75 mPa.s (medida por un viscosímetro Brookfield, husillo RV2 a 100 rpm, a un contenido de 13,5% en peso de agua del grifo). La viscosidad se midió a 140 mPa.s con el viscosímetro Brookfield, husillo RV2 a 20 rpm, a un contenido de 13,5% en peso en agua, pH 5,9 y a una temperatura de 23°C. La solubilidad en agua fría fue de alrededor de 30%.

35

1. Composiciones adhesivas de la invención y de la técnica anterior.

1.1 Composición comparativa (C)

La composición comparativa C era una composición adhesiva comercial basada en poli(alcohol vinílico) (PVOH), actualmente utilizada en instalaciones industriales. Comprendía los siguientes componentes:

40 Desespumante (Tego® antiespumante KS 53 de Evonik) 3,3 kg

PVOH 1 (Apv.mowiol 26/88 de Sigma ALdrich) 118 kg

PVOH 2 (Celvol 540 apv 24/88 de Celanese) 49 kg

Biocida (Acticide® MBL MIT-BIT-Bronopol de Thor) 1,9 kg

Agua desmineralizada (qsp hasta 1000 kg) 827,8 kg.

45 Los poli(alcoholes vinílicos) PVOH 1 y PVOH 2 tenían cada uno un valor de 88% de hidrólisis de los grupos de poli(acetato de vinilo) (PVA), lo que significa que cada uno de estos polímeros es un copolímero que comprende 88% de PVOH y 12% de PVA (porcentaje en peso).

El PVOH 1 tenía una viscosidad de $26 \pm 1,5$ mPas (de acuerdo con la norma DIN 53015).

El PVOH 2 tenía una viscosidad de $24 \pm 1,5$ mPas (de acuerdo con la norma DIN 53015).

Tal composición C tenía una viscosidad de 22.000 mPa.s (medida por Brookfield a 24% de sólidos en peso, refractómetro de extractos sólidos) en agua a pH 4-8, husillo RV6, 20 rpm, 23°C) y un extracto de sólidos (ES) de 2,3% en peso (medido por el refractómetro DIGIT ATC a 23°C).

1.2 Composición de la invención (INV)

5 La composición adhesiva seca de acuerdo con la invención fue la siguiente, en % en peso.

Almidón acetilado (SOBEX 222 de SÜDSTÄRKE) 76,63%

Espesante a base de celulosa (Na-CMC AKUCCELL® AF 2985 de AKZO NOBEL) 2,30%

Urea 19,16%

Biocida (PARMETOL A 28 de SCHELKE & MAYER) 1,53%

10 Desespumante (AGITAN 109 de MÜNZING CHEMIE) 0,38%

Se fabricó mezclando los diferentes componentes en el siguiente orden, como se detalla en la descripción anterior: disolver el almidón en agua con biocida; añadir urea, disolver el espesante; y añadir el desespumante.

La composición adhesiva líquida acuosa de acuerdo con la invención (INV) tenía la siguiente composición, en % en peso.

15 Agua 73,9%

Almidón acetilado (SOBEX 222 de SÜDSTÄRKE) 20,0%

Espesante a base de celulosa (Na-CMC AKUCCELL® AF 2985 de AKZO NOBEL) 0,6%

Urea 5,0%

Biocida (PARMETOL A 28 de SCHELKE & MAYER) 0,4%

20 Desespumante (AGITAN 109 de MÜNZING CHEMIE) 0,1%

Esta composición se fabricó por disolución de la composición adhesiva seca en agua desmineralizada fría.

El pH de la composición era de 6.

25 La viscosidad de la composición se midió alrededor de 11.000-13.000 mPa.s (medida por Brookfield a 24-25% en peso de agua a pH 6, husillo RV6, 20 rpm y a 23°C) y un extracto seco (ES) de 24-25% en peso (medido por el refractómetro DIGIT ATC a 23°C).

La vida media de este producto fue sometida a ensayo. La viscosidad del producto demostró ser estable durante 6 meses a 15-25°C.

2. Viscosidad de dilución y extracto seco de las composiciones adhesivas de la invención y de la técnica anterior.

30 Después de diluciones a una tasa de 1:2, 1:3, 1:4, 1:5, 1:6 y 1:7 con agua (bajo el significado: volumen de la composición C o INV: volumen de agua), las curvas de viscosidad de las composiciones C de acuerdo con la invención y INV de la técnica anterior fueron como en la siguiente tabla (los resultados se presentan como viscosidad/extracto seco):

	Composición C	Composición INV
Tasa de dilución	Viscosidad/Extracto seco	Viscosidad/Extracto seco
1:2	80/6,2	126/8,0
1:3	36/5,2	60/6,2
1:4	26/4,4	40/4,8
1:5	20/3,8	32/3,8

	Composición C	Composición INV
Tasa de dilución	Viscosidad/Extracto seco	Viscosidad/Extracto seco
1:6	16/3,2	26/3,0
1:7	14/3,0	20/2,8

La viscosidad se expresa en mPa.s (Brookfield, refractómetro sólido °Bx 23°C, husillo RV2, 20 rpm, 20-23°C) y el extracto seco (ES) se expresa en % (en peso) (medido por el refractómetro DIGIT ATC 23°C).

5 Los resultados para la composición comparativa C y para la composición de acuerdo con la invención INV se muestran en las figuras 4 y 5, mostrando la Figura 4 los resultados en términos de viscosidad con respecto a la tasa de dilución, y mostrando la Figura 5 los resultados en términos de contenido de extracto seco con respecto a la tasa de dilución.

Los resultados muestran que la composición de acuerdo con la invención INV proporciona resultados similares a los de la composición comparativa C.

10 El intervalo de contenido de agua/intervalo de dilución de la formulación lista para utilizar generalmente lo elige el usuario de acuerdo con estas Figuras 4 y 5. Para un papel sanitario de 1-2 capas es posible diluir la cola concentrada hasta un máximo de 1:7. Para un papel tisú de 4 capas, se recomienda una tasa de dilución de 1:3 - 1:4.

3. Experimentos sobre la resistencia de la unión de las composiciones adhesivas de la invención y de la técnica anterior.

15 3.1 Descripción del protocolo de los experimentos en el laboratorio.

El ensayo de laboratorio consistió evaluar la resistencia de la unión entre dos capas, en Newtons (N), mediante desprendimiento. Estas capas eran la primera y la segunda capas, o la segunda y tercera capas, o la tercera y la cuarta capas, de una pieza de ensayo compuesta por cuatro capas superpuestas de láminas.

20 Se utilizaron láminas de papel de laboratorio de color blanco (Goma Camps). Las piezas de ensayo se cortaron, teniendo cada pieza de ensayo unas dimensiones de 4 cm x 17 cm (E x D, véase la Figura 2), utilizando un cúter. Cada pieza de ensayo está formada por cuatro capas (referidas como 4, 5, 6 y 7, véase la Figura 2) que se han apilado para formar una lámina multicapa referida como 8. Cada serie de ensayos, para una composición adhesiva dada, se realizó en 5 ejemplares diferentes.

25 El ensayo se ilustra esquemáticamente con las figuras adjuntas, en las que la Figura 1 muestra esquemáticamente el encolado de una placa de aluminio sumergiéndola en un baño de composición adhesiva con una profundidad definida (d), y la Figura 2 muestra esquemáticamente el recubrimiento de una lámina multicapa que contiene 4 capas recubiertas con la composición adhesiva de acuerdo con el procedimiento de la Figura 1. El mismo operario ha realizado estos ensayos a ciegas para garantizar la reproducibilidad.

El ensayo se realizó en una sala acondicionada (23°C, 50% de humedad relativa).

30 a) Recubrimiento

Se utilizó una placa 2 elaborada de acero inoxidable, de dimensiones 15 cm x 0,5 cm x 10 cm (Largo x Ancho x Alto, Figura 1) y se fijó en un marco (no mostrado).

Encolado de la placa de recubrimiento.

35 Este encolado se muestra en la Figura 1. La placa de aluminio 2 se sumergió brevemente (durante aproximadamente 3 segundos, el tiempo necesario para alcanzar la profundidad requerida "d" y para retirar la placa) en la composición adhesiva 3 (en una cantidad de aproximadamente 300 g) contenida en una bandeja 1 elaborada de acero inoxidable. Un calibre (no mostrado) unido a la placa de recubrimiento permite determinar con precisión el tamaño de la profundidad, que se ha elegido igual a aproximadamente 1 mm.

Recubrimiento de pliegues y pegado de lámina multicapa.

40 Como se ilustra en la Figura 2, la parte inferior de la placa 2, inmediatamente después del encolado, se puso suavemente en contacto con la pieza de ensayo sujeta por pesas (no mostrado) durante un tiempo de contacto limitado de 1 segundo. La pieza de ensayo era una lámina multicapa (referida como 8, capas referidas como 4, 5, 6, 7). La duración entre el encolado de la placa de recubrimiento y el recubrimiento de la pieza se estima en aproximadamente 10 segundos. Este recubrimiento dio como resultado la unión, por la composición adhesiva, de las

capas de la lámina multicapa. La pieza de ensayo se colocó a continuación sobre papel siliconado y se dejó secar durante 24 horas a temperatura ambiente (es decir, alrededor 20°C), antes de que se llevara a cabo su desprendimiento.

b) Desprendimiento

- 5 La medición del ensayo de desprendimiento fue llevada a cabo por el mismo operario de acuerdo con el mismo método para cada composición adhesiva y para cada ejemplar.

3.2 Resultados de los experimentos en el laboratorio.

La evaluación se realizó de acuerdo con los siguientes criterios.

Rigidez

- suave -
rígido +
más rígido ++
muy rígido +++

Unión

- no unión -
ligero +
fuerte ++
muy fuerte +++

- 10 Los resultados se proporcionan en la siguiente tabla, en la cual:

Unión 1/2: significa primera capa sobre la segunda capa

unión 2/3: significa segunda capa sobre la tercera capa

unión 3/4: significa tercera capa sobre la cuarta capa

		Composición adhesiva C	Composición adhesiva INV
dilución 1:2	Rigidez	+++	+++
	unión 1/2	+++ (dañando)	+++ (dañando)
	unión 2/3	++	+++
	unión 3/4	+	+++
dilución 1:3	Rigidez	+++	+++
	unión 1/2	+++	+++
	unión 2/3	++	++
	unión 3/4	+	+

ES 2 712 059 T3

		Composición adhesiva C	Composición adhesiva INV
dilución 1:4	Rigidez	++	++
	unión 1/2	++	++
	unión 2/3	++	++
	unión 3/4	+	+
dilución 1:5	Rigidez	+	+
	unión 1/2	++	++
	unión 2/3	++	++
	unión 3/4	+	+
dilución 1:6	Rigidez	-	-
	unión 1/2	++	++
	unión 2/3	+	+
	unión 3/4	+	+
dilución 1:7	Rigidez	-	-
	unión 1/2	+	+
	unión 2/3	+	+
	unión 3/4	-	+

Estos resultados muestran que los resultados de unión de la composición adhesiva de acuerdo con la invención INV son similares a los resultados de unión de la composición adhesiva C de acuerdo con la técnica anterior.

REIVINDICACIONES

1. Una composición adhesiva en forma seca, para unir capas de láminas multicapa de papel tisú, comprendiendo dicha composición:
- Al menos un almidón acetilado, teniendo el almidón acetilado un porcentaje de acetilación dentro del intervalo de 0,1 a 8% en peso con respecto al peso total del almidón acetilado; en una cantidad dentro del intervalo de 70 a 80%, en peso con respecto al peso total de la composición;
 - Al menos un espesante a base de celulosa en una cantidad dentro del intervalo de 2 a 5%, en peso con respecto al peso total de la composición; y
 - Urea en una cantidad dentro del intervalo de 15 a 25% en peso con respecto al peso total de la composición.
2. La composición adhesiva según la reivindicación 1, en donde el almidón acetilado tiene una solubilidad en agua, en un extracto seco de entre 12,5 y 14,5% y a un pH comprendido en el intervalo de 5 a 7, en el intervalo de 60 a 200 mPa.s, medido por un aparato Brookfield con un husillo RV2, a una velocidad de 20 rpm y a una temperatura de 23°C.
3. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizada por que el almidón acetilado se elige entre los almidones que comprenden de 73 a 87% de amilopectina y de 13 a 27% de amilosa.
4. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el almidón acetilado se elige entre los almidones de patata acetilados, los almidones de maíz acetilados y los almidones de trigo acetilados.
5. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que dicha composición adhesiva comprende adicionalmente de 1 a 2% de biocida, en peso con respecto al peso total de la composición.
6. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que dicha composición adhesiva comprende adicionalmente de 0,2 a 0,5% de desespumante, en peso con respecto al peso total de la composición.
7. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por que dicha composición es adecuada para el contacto con productos alimenticios.
8. La composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que dicha composición está en forma de polvo.
9. Una composición adhesiva líquida acuosa para unir capas de láminas multicapa, comprendiendo dicha composición de 15 a 25% de almidón acetilado, de 0,4 a 2% de espesante a base de celulosa y de 3 a 8% de urea, en peso con respecto al peso total de la composición.
10. La composición adhesiva líquida acuosa según la reivindicación 9, en donde dicha composición comprende adicionalmente de 0,2 a 0,6% de biocida.
11. La composición adhesiva líquida acuosa según una cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10, en donde dicha composición comprende adicionalmente de 0,04 a 0,16% de desespumante, en peso con respecto al peso total de la composición.
12. La composición adhesiva líquida acuosa según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en donde dicha composición comprende la composición en forma seca según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en una cantidad de de 10 a 40% en peso con respecto al peso total de dicha composición adhesiva líquida acuosa.
13. La composición adhesiva líquida acuosa según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, en donde dicha composición tiene un valor de pH de 5 a 7.
14. La utilización de una composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, para la unión de capas de láminas multicapa de papel tisú.
15. Un método para elaborar láminas multicapa de papel tisú, comprendiendo dicho método unir varias capas utilizando la composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 13, y enrollar las láminas multicapa alrededor de una parte en forma de manga elaborada de mandril o tira de cartón para formar rodillos de láminas multicapa.

Fig. 1

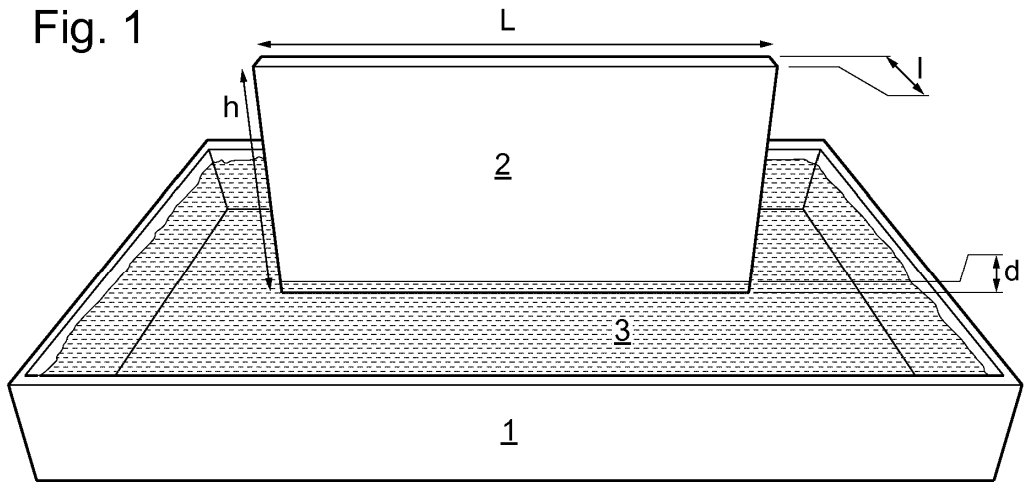


Fig. 2

