

AÑO

Expediente núm.

239188



239188

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España

a favor de

..... BECKER & COMPANY LIMITED, entidad inglesa., de nacionalidad

..... domiciliado en 34 to 40, Ludgate Hill,

..... Londres, Inglaterra. núm.

por:

..... "Procedimiento de preparación de un agente para el encolado del papel".
.....
.....

Nº 4795

Agente Sr. Gómez-Acebo y Modet.

239188

239188
PATENTE DE INVENCIÓN

O/No. H. 3714.

18 DI



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de preparación de un agente para el encolado del papel".

=====

Solicitantes : BECKER & COMPANY LIMITED, entidad inglesa, residente en 34 a 41 Ludgate Hill, LONDRES, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a agentes para el encolado del papel. Es conocido el encolar el papel mezclando la masa fibrosa de producción del mismo, con un agente de encolado que comprenda una dispersión acuosa diluída de una resina que, por lo menos parcialmente, se neutraliza con álcali y precipitando luego la resina en la masa fibrosa, por medio de una sustancia precipitante, tal como sulfato de aluminio.

5. Un objeto de este invento es el proporcionar un procedimiento para la obtención de un agente de encolado

10.

18 n/a



239188

del papel, que tenga la ventaja económica de facilitar un efecto superior de encolado, con respecto a los agentes de encolado conocidos, emplearse en la misma cantidad.

5. De acuerdo con este invento, un procedimiento para preparar un agente de encolado de papel comprende el añadir un ácido o anhídrido de ácido, α , β -no-saturado, a una resina que contenga colofonia a una temperatura elevada, para formar un producto de adición sin llevar a cabo la conversión intramolecular, el neutralizar parcialmente el producto de adición con una base, el esterificar parcialmente el producto parcialmente neutralizado, y a continuación el neutralizar por una base el ester producto.

15. Este invento comprende también un agente de encolado de papel, que contiene el producto obtenido haciendo reaccionar un ácido o anhídrido de ácido α , β -no-saturado con una resina que contenga colofonia, neutralizando parcialmente el producto de adición, esterificando parcialmente el producto de adición parcialmente neutralizado, y neutralizando a continuación el ester producto.

20. El agente de encolado a que este invento se refiere, es adecuado para encolar papel en combinación con los agentes corrientes para precipitar el medio de encolado sobre la fibra de papel, tal como el sulfato de aluminio.

25. Como material de partida para la preparación del producto de adición de la resina con el ácido α , β -no-saturado, puede utilizarse cualquier resina cuya molécula contenga un doble enlace conjugado, tal como una gomo-resina, resina de madera, y todas las demás sustancias

30.

239188



5. que contengan colofonia. A causa de la presencia del doble enlace conjugado en la molécula, estas sustancias pueden reaccionar con los ácidos α , β -no-saturados, para formar un producto de adición que constituye el material de partida para el procedimiento a que este invento se refiere.

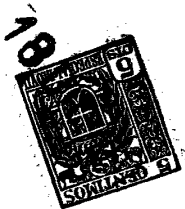
10. Como ácidos α , β -no-saturados, pueden emplearse los ácidos maleico, fumárico, itacónico y otros muchos ácidos no-saturados, entre ellos los obtenidos por caldeo del ácido cítrico. El ácido se emplea convenientemente en cantidades variables desde 5 a 25% en peso de la resina seca. En lugar de los ácidos, pueden emplearse sus anhídridos. La resina se funde y se eleva a una temperatura suficiente para realizar la adición por mezcla del ácido del anhídrido del mismo a la resina. La temperatura se eleva solamente, desde luego, de tal modo que no se realice conversión intramolecular. Con preferencia se usa ácido maléico, especialmente en forma de su anhídrido. La reacción de adición puede llevarse a cabo a temperaturas de 120°C o superiores.

20. La neutralización parcial del producto de adición se realiza con preferencia para 1/6 a 1/10, con un hidróxido de metal alcalino. El producto de adición parcialmente neutralizado, se esterifica a continuación con una pequeña cantidad, con preferencia de 0,5 a 10% de la cantidad necesaria para la esterificación completa de un alcohol de cadena lineal. La esterificación, con preferencia, se lleva a cabo con un alcohol que tenga una cadena polioxietilénica en la molécula, que por un extremo se esterifica con un ácido. Estos

25.

30.

239188



- alcoholsson conocidos como agentes de superficie activa, y su incorporación en la molécula de la resina-anhidrido de ácido maléico u otro producto de adición comunica a éste propiedades de actividad superficial que, cuando se incorporan a la molécula nuevos componentes, como se describe más adelante, comunican a la sustancia así formada propiedades que la convierten en especialmente adecuada como medio de encolado para el papel. Un alcohol preferido, con la estructura molecular antes indicada, es un alcohol polioxietilénico con un grupo -OH esterificado, tal como el material que se encuentra en el comercio con la Marca Comercial Registrada "Emulphor O". Este alcohol puede usarse para la esterificación en una cantidad de 6 a 8% calculada con respecto al peso de la resina.
15. El ester parcial, parcialmente neutralizado y preparado del modo antes descrito, se neutraliza, con preferencia neutralizándolo parcialmente con una base orgánica y neutralizándolo por completo con una base inorgánica. Para la base orgánica, pueden usarse las bases que posean un grupo amino en la molécula, y dotadas de propiedades de actividad superficial, después de lo cual la neutralización puede completarse con un hidróxido de metal alcalino. Se prefiere la trietanolamina, en una proporción de 5 a 6%, calculada con respecto al peso de la resina empleada. Dado que se forma una sal derivada de un ácido débil, la neutralización con álcali inorgánico, tal como el hidróxido sódico, se realiza hasta un pH cuyo valor se encuentra en la zona de conversión de un indicador tal como la fenolftaleína.
- 20.
- 25.
- 30.

239188



Al medio de encolado así preparado, puede añadirse un agente estabilizador, tal como caseína, gelatina o cola. Antes o después de la adición del estabilizador, el agente de encolado se diluye convenientemente con agua hasta una concentración adecuada para la aplicación práctica, por ejemplo hasta un contenido de sólidos del 50% en peso. Sin embargo, el agente de encolado puede prepararse en estado seco que, antes del uso, vuelva a dispersarse en agua. La deshidratación puede realizarse de cualquier modo corriente para secados análogos, por ejemplo por pulverización de la dispersión.

El agente de encolado, preparado de acuerdo con el procedimiento de este invento, puede usarse de un modo en esencia conocido para encolar papel. Antes de la adición del medio de encolado, durante ella o después de la misma, se añade a la masa fibrosa para la fabricación del papel una sustancia capaz de precipitar el medio de encolado sobre la fibra, tal como sulfato de aluminio.

Utilizando el medio de encolado preparado de acuerdo con este invento, se utiliza una menor cantidad del producto, -calculada en relación con el peso de la masa fibrosa para la fabricación del papel- con respecto a la proporción necesaria de los medios de encolado con anterioridad conocidos. Por ejemplo, el agente de encolado proporciona resultados excelentes cuando se emplea en una proporción de 0,3 a 0,5% con respecto al peso en seco de la masa fibrosa, mientras que empleando los agentes de encolado conocidos se precisa una cantidad doble o triple. Por otra parte, el agente de encolado a que este invento se refiere, es insensible a la dureza del agua.

239188



Este invento se aclara en los ejemplos siguientes:

EJEMPLO 1.

5. Se calentaron 100 kg. de colofonia a 120-130°C., después de lo cual se añadieron 17,5 kg de anhídrido maléico. La mezcla se conservó a esta temperatura durante 20 minutos, aproximadamente, sometida a agitación, después de lo cual, a la mezcla caliente, se le agregaron 1,4 kg de hidróxido sódico, o sea la décima parte de la cantidad necesaria para la neutralización completa.
10. Después de esto se añadieron al producto de adición parcialmente neutralizado, 8 kg. de un alcohol polioxietilénico tal como el conocido con la Marca Comercial Registrada "Emulphor O", manteniéndose la temperatura a 120^a 130°C. El Emulphor O se permitió que reaccionará durante unos 30 minutos, después de los cuales se dejó enfriar gradualmente el producto de reacción hasta la temperatura ambiente. Durante el enfria-^amiento se añadieron/la mezcla, sometida a agitación, 6 kg. de trietanolamina. Después de esto se agregaron al
15. producto de reacción 12,6kg de NaOH para completar la neutralización, y luego el contenido de sólidos se llevó al 50% con 150 litros de agua.
20. El agente de encolado preparado del modo antes descrito, se utilizó para encolar papel obtenido de una mezcla de 75% de celulosa sulfitada y blanqueada, y
25. 25% de celulosa kraft a la sosa cáustica. En un gran número de ensayos se obtuvieron valores Cobb que en el gráfico adjunto se representa con respecto al porcentaje de agente de encolado empleado; la curva 2 representa la
30. serie entera de observaciones, mientras que los valores

239188

18 D



medidos se encuentran entre las curvas 1 y 3.

5. En el dibujo puede observarse que un valor Cobb de 15, por ejemplo que se obtiene al usar, 0,3% del medio de encolado a que este invento se refiere calculado con respecto al peso del papel, solamente se alcanza al utilizar el medio conocido de encolado a un porcentaje de 1,5, mientras que para valores de Cobb inferior, tal como 13, se precisaría una cantidad de medio de encolado que hasta ahora ha sido completamente inusitado en la práctica.

10. El valor Cobb, es el resultado obtenido ensayando el papel con el llamado aparato de ensayo Cobb. Este aparato se ha descrito en las "Memorias de la Sección Técnica de la Asociación de Fabricantes de Papel de Gran Bretaña e Irlanda" XXVIII (1947) Parte I.

15. El grado Schoppee-Riegler de la celulosa en este ejemplo y en el siguiente, es de 25. Los ensayos se han realizado también con grados de "desgaste" de hasta 45/50 SR; los resultados obtenidos, fueron, por lo menos, tan buenos como los anteriormente indicados.

20. EJEMPLO 2.

25. Se calentaron 100 kg. de colofonia a 120-125°C. y a continuación se añadieron 15 kg. de anhídrido maléico. La mezcla de reacción se conservó a esta temperatura durante unos 20 minutos, y luego se agregaron 1,3 kg. de hidróxido sódico sólido a la mezcla, o sea una décima parte de la cantidad necesaria para la neutralización completa.

30. A continuación se añadieron al producto de adición 6 kg. de Emulphor O, conservándose la temperatura



239 188

5. a 120-135°C., durante unos 25 minutos, transcurrido este período, la mezcla de reacción se dejó enfriar con adición de 5 kg. de trietanolamina. Luego se agregaron 11,7 kg. de NaOH para completar la neutralización y, por dilución con 140 litros de agua, el contenido de sólidos se llevó al 50% en peso.

10. El medio de encolado así preparado, se utilizó para encolar papel, constituido por el 75% de celulosa sulfitada y blanqueada, y 25% de celulosa kraft, del mismo grado de "desgaste" indicado en el ejemplo 1.

Los valores Cobb variáren ^{en} gran número de ensayos, desde los indicados por la curva 4, a los de las curvas 5 y 6.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También
20. se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Holanda con fecha 19 de diciembre de 1956, nº 213,123 acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento
25. y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de preparación de un agente para el encolado del papel"; caracterizándose por lo siguiente:

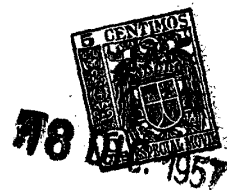
30. 1º.- Procedimiento de preparación de un agente para el encolado del papel, caracterizado por comprender



230188

5. el añadir un ácido α , β -no-saturado, o su anhídrido a una resina que contenga colofonia, a una temperatura elevada para formar un producto de adición sin llevar a cabo la conversión intramolecular; el neutralizar parcialmente el producto de adición con una base; el esterificar parcialmente el producto parcialmente neutralizado, y el neutralizar luego el ester producto, con una base.
10. 2^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el ester producto se neutraliza parcialmente con una base orgánica, y la neutralización se completa con una base inorgánica.
15. 3^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a o 2^a, caracterizado porque el producto de adición se neutraliza parcialmente en la proporción de 1/6 a 1/10 del mismo.
20. 4^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, 2^a o 3^a, caracterizado porque el producto de adición se neutraliza parcialmente con un hidróxido de metal alcalino.
25. 5^a.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el producto de adición se prepara a una temperatura no inferior a 120°C.
30. 6^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5^a, caracterizado porque el ácido o anhídrido no-saturado se hace reaccionar con la resina durante un período no inferior a 20 minutos.
- 7^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación anterior, caracterizado porque el producto de adición se prepara usando ácido o anhídrido maleico.

239188



- 8^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación anterior, caracterizado porque el producto de adición parcialmente neutralizado, se esterifica parcialmente con un alcohol de cadena lineal.
5. 9^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 8^a, caracterizado porque el producto de adición parcialmente neutralizado es esterifica con un alcohol cuya molécula contiene una cadena polioxietilénica esterificada.
10. 10^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 9^a, caracterizado porque la cantidad de alcohol utilizada representa de 0,5 a 0,10% en peso de la resina empleada en la preparación del producto de adición.
15. 11^a.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ester producto se neutraliza parcialmente con una amina orgánica de superficie activa, y la neutralización se completa con un hidróxido de metal alcalino.
20. 12^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 11^a, caracterizado porque el ester producto se neutraliza parcialmente con trietanolamina, en una cantidad igual al 5-6% en peso de la resina del producto de adición.
25. 13^a.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por comprender el añadir un agente estabilizador al agente encolado.
30. 14^a.- Procedimiento, según lo especificado en

239 188 18



la reivindicación 13ª, caracterizado porque el agente estabilizador se elige de la caseína, gelatina y cola.

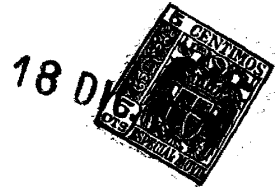
5. 15ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente de encolado se diluye con agua hasta contener aproximadamente un 50% de sólidos.

10. 16ª.- Procedimiento, de preparación de un agente para el encolado del papel, caracterizado por utilizarse un agente de encolado constituido por el producto obtenido haciendo reaccionar un ácido o su anhídrido α , β -no-saturado, con una resina que contenga colofonia, por neutralizarse parcialmente el producto de adición, por esterificarse parcialmente el producto de adición parcialmente neutralizado y por neutralizar a continuación el ester producto.

20. 17ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 16ª, caracterizado porque el agente de encolado comprende el producto de reacción de ácido maleico o anhídrido maleico con una resina que se ha sometido sucesivamente a la neutralización parcial con sosa cáustica; la esterificación parcial con un alcohol polioxietilénico parcialmente esterificado; la neutralización parcial con trietanolamina y la neutralización completa con sosa cáustica.

25. 18ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 16ª o 17ª, caracterizado porque el agente de encolado comprende una dispersión acuosa con un contenido de sólidos del 50% aproximadamente.

30. 19ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 18ª, o 17ª, caracterizado porque el



239188

agente de encolado comprende un producto seco susceptible de volverse a dispersar en agua, para los fines de encolado.

20^a.- Procedimiento, de preparación de un agente para el encolado del papel, caracterizado por utilizarse un agente de encolado tal como se ha descrito con referencia a los ejemplos anteriores.

5.

21^a.- Procedimiento de preparación de un agente para el encolado del papel; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

10.

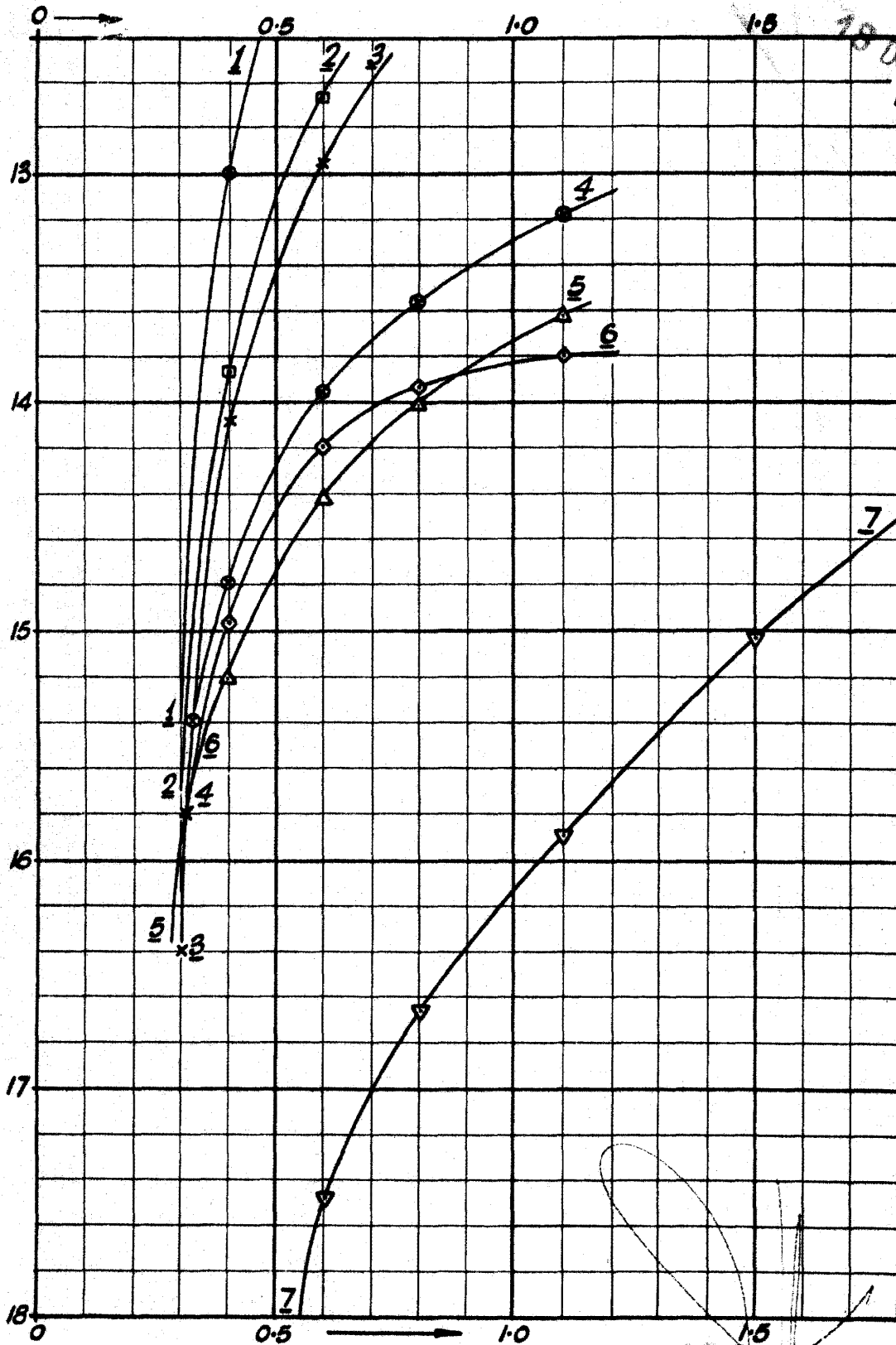
Madrid,

18 DIC. 1957

BECKNER & COMPANY LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET

ESCALA VARIABLE.



Madrid, 18.11.1957

J. GÓMEZ ACEDO

Handwritten signature and scribbles.