

265782

P. 20.649

R. 373 - FG/VW

"Synthetic paper IV
(Enkalon chloral hydrate)"

265782



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCIÓN
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de N.V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa,
establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN METODO PARA LA FABRICACION DE PAPEL A
BASE DE FIBRAS DE ACIDO POLIAMINOCAPROICO"

La invención se refiere a un método para la fabricación de papel
a base de fibras de ácido poliaminocaproico, según el cual se forma
primero un papel inicial partiendo de las fibras, se produce una hin-
chazón superficial en las fibras del mismo, y se elimina el agente hin-
chador por evaporación tan pronto como se logra una adherencia mutua
5 entre las fibras del papel inicial.

Se conoce ya un método de este género.

En este método conocido, las fibras consistentes en ácido polia-
minocaproico se dispersan usualmente en un medio acuoso, y la pulpa de
10 papel así obtenida se escurre en un tamiz, secándose el papel inicial

265782



5
resultante. Para favorecer una buena distribución de las fibras en el medio dispersante, distribución que es importante para obtener un papel de espesor uniforme por todas partes, se ha propuesto ya el recurso de agregar al medio dispersante una sustancia que incremente la viscosidad del medio dispersante.

A tal fin se vienen utilizando, por ejemplo, éteres de celulosa como, verbigracia, la sal sódica de carboximetil-celulosa. Estas sustancias poseen además la propiedad de incrementar la adherencia mutua de las fibras en el papel inicial escurrido y secado.

10
Para lograr los mismos objetos se ha venido proponiendo con anterioridad tratar las fibras de ácido poliaminocaproico, mezcladas con fibras de papel a base de celulosa, hasta obtener una pulpa de papel, y fabricar el papel a base de esta pulpa.

15
Una vez secado, el papel inicial se trata con un agente hinchador volátil, esto es, hasta que las fibras se hayan hinchado al menos superficialmente. Según la magnitud de la presión ejercida después sobre el papel hinchado, la adherencia entre las fibras es más o menos fuerte cuando en un tratamiento ulterior el agente hinchador es eliminado por caldeo. Esto puede efectuarse haciendo pasar el papel inicial
20 hinchado por sobre unos cilindros secadores, o entre unos rodillos calandrades caldeados.

25
Al llevar a cabo este método, la elección del agente hinchador correcto presenta un especial problema. De este agente hinchador se exige que produzca una uniforme hinchazón en las fibras del papel inicial, de preferencia sólo superficialmente, después de lo cual es eliminado por completo del papel inicial mediante evaporación a las temperaturas usuales de cilindro de secado o rodillo calandrador.

30
Se ha descubierto ahora una sustancia, a saber, el hidrato de cloral, que al utilizarlo en soluciones de concentración relativamente baja satisface los requisitos de no producir hinchazón en las fibras

265782



consistentes en ácido aminocaproico polimerizado, pero que hace que adquieran propiedades de hinchazón al utilizarlo en concentraciones relativamente elevadas.

Además, existe una brusca transición desde el margen de concentraciones en el cual las soluciones de hidrato de cloral tienen realmente un efecto hinchador, hasta el margen de concentraciones en el cual no poseen este efecto hinchador.

La invención consiste en que, en un método del tipo arriba indicado, el papel inicial es impregnado con una solución de hidrato de cloral no hinchadora, solución que se hace evaporar sobre el papel inicial, eligiéndose la cantidad de solución de hidrato de cloral de manera que la evaporación de dicha solución no es completa hasta que las fibras se han hinchado al menos superficialmente.

Aparte del hecho de que el hidrato de cloral efectúa una buena adherencia o aglutinación mutua de las fibras, esta sustancia tiene la ventaja de quedar eliminada por entero del papel tratado a consecuencia de su relativamente bajo punto de ebullición (a saber, de 98°C), por evaporación a las temperaturas de secado normalmente utilizadas en la industria papelera.

Se ha sugerido anteriormente el empleo de soluciones de hidrato de cloral en alcoholes o en agua, como disolventes de las poliamidas. Ahora bien, no se ha publicado la idea de que cuando se evaporan las soluciones de hidrato de cloral menos concentradas, que de por sí no tienen efecto hinchador sobre las poliamidas, la composición de la solución cambiará dentro de relativamente estrechos límites de concentración, de manera tal que la solución concentrada puede actuar como agente hinchador. Tampoco se han descrito las posibilidades que esto ofrece para la fabricación de un papel resistente a la rotura.

El hidrato de cloral puede emplearse en un disolvente que sea inerte para el ácido poliaminocaproico.

265782



Como ejemplos de tales disolventes se pueden citar: el agua, el alcohol metílico, el alcohol etílico y la acetona.

A fin de reducir el riesgo de incendios, pueden agregarse a estas soluciones cantidades secundarias de tetracloruro de carbono u otros hidrocarburos clorados.

Según sea el disolvente empleado para el hidrato de cloral, así ha de elegirse una concentración distinta de esta última sustancia para la solución utilizada para la impregnación del papel inicial.

Si, por ejemplo, se utiliza agua como disolvente, la concentración de hidrato de cloral en la solución empleada para impregnar el papel inicial no debe ser superior a aproximadamente 450 gramos por litro (g/l). Por bajo de esta concentración, las fibras poliámídicas del papel inicial no se hinchan ni disuelven. Por consiguiente, la impregnación del papel inicial a base de dichas concentraciones relativamente bajas no está limitada a un intervalo máximo dado de tiempo, de modo que puede concedérsele toda la atención a la uniformidad de la impregnación.

Por otra parte, con soluciones de hidrato de cloral en alcohol etílico no debe sobrepasarse una concentración de 700 g. de hidrato de cloral por litro, y en el caso de soluciones de hidrato de cloral en acetona, la máxima concentración es de 800g/l.

Dicha impregnación puede llevarse a cabo de diversas maneras.

En primer lugar, la solución de hidrato de cloral no hinchadora puede aplicarse por aspersión (pulverización y proyección) sobre el papel inicial.

Asimismo, cabe la posibilidad de hacer pasar el papel inicial una o más veces a lo largo de un cilindro que gira lentamente alrededor de un eje horizontal, estando la parte inferior de dicho cilindro sumergida en una solución de hidrato de cloral. Según la velocidad de rotación del rodillo, la profundidad de inmersión y la veloci-

265782



dad a la cual avanza la banda continua de papel inicial, dicho papel se impregna con una cantidad relativamente grande o pequeña de la solución de hidrato de cloral.

5 Ahora bien, se le da preferencia a una forma de ejecución del método según la cual el papel inicial se pone en contacto con un exceso de la solución de hidrato de cloral no hinchadora, y el exceso se elimina por compresión o exprimiendo antes de la evaporación. Como el líquido impregnante no tiene acción hinchadora alguna, esta expresión no da lugar todavía a una mutua adherencia de las fibras.

10 De esta manera se puede obtener una distribución altamente uniforme del líquido impregnante en el papel inicial, como se desprende de la homogénea calidad del papel obtenido al terminarse el tratamiento entero.

15 Pero la concentración de la solución de hidrato de cloral por bajo del límite crítico arriba citado depende también de la cantidad de solución de hidrato de cloral aplicada al papel inicial.

Cuanto mayor sea la cantidad de solución de hidrato de cloral a elegir, menor debe ser la intensidad de la concentración de hidrato de cloral en la solución.

20 Utilizando hidrato de cloral en cantidades relativamente grandes se tiene la ventaja de que permite obtener una mayor uniformidad de distribución de líquido impregnante en el papel inicial. Por otra parte, es preciso evaporar una cantidad relativamente grande de la solución en el papel inicial antes de que se pueda lograr la concentración de hidrato de cloral para la cual se produce la hinchazón. Pues a fin
25 de impedir que las fibras se hinchen demasiado intensamente, es preferible que, en el momento en que la hinchazón comienza, el papel inicial no contenga más de aproximadamente un 15 a 25% en peso de hidrato de cloral, calculado a base del peso de las fibras de poliamida.

30 Utilizando cantidades mayores, existe el riesgo de que las fi-

265782



bras del papel inicial se hinchen demasiado intensamente e incluso empiecen a fluir.

No obstante, la cantidad de líquido debe ser suficiente para hacer que las fibras se hinchen hasta el punto de asegurar su adherencia mutua.

Apoyándose en esto, es evidente que si se aplican al papel inicial cantidades relativamente pequeñas de la solución de hidrato de cloral, será necesario el escoger para la solución una concentración de hidrato de cloral relativamente fuerte. De esta manera, por evaporación de una cantidad relativamente pequeña de la solución impregnante, puede obtenerse la concentración para la cual las fibras se empiezan a hinchar. Ello implica que en este caso la parte restante basta, después de todo, para obtener el deseado efecto de hinchazón.

Si el papel inicial se impregna hasta que contenga su propio peso de solución de hidrato de cloral, se utilizan entonces de preferencia soluciones que contienen del 15 al 25% en peso de hidrato de cloral.

Las mismas concentraciones pueden escogerse si en lugar de agua se utilizan alcohol etílico y acetona como disolventes del hidrato de cloral.

Si, por otra parte, el papel inicial es impregnado hasta darle un contenido del 120% en peso de solución de hidrato de cloral, la concentración de hidrato de cloral de dicha solución ha de ser entonces, de preferencia, del 12 al 22% en peso.

Mientras se está evaporando la solución de hidrato de cloral aplicada al papel inicial, el contenido de hidrato de cloral en el residuo va aumentando gradualmente hasta que dicho residuo empieza a tener un efecto hinchador sobre las fibras poliamídicas. Ciertamente es que si se continua la evaporación, el contenido de hidrato de cloral aumentará aún más, pero el efecto hinchador disminuirá debido a que la can-

265782



5 tidad de solución de hidrato de cloral se reduce por la evaporación. Mediante la elección correcta de la cantidad de solución de hidrato de cloral aplicada al papel inicial, y de su concentración en hidrato de cloral, es posible evaporar la cantidad total de la solución de hidrato de cloral antes de que las fibras del papel inicial se hayan hinchado demasiado. Como consecuencia de la hinchazón temporal, lo cual se desprende también por una cierta glutinosidad de las fibras, puede lograrse una mutua adherencia de las fibras en el papel inicial.

10 A fin de provocar dicha adherencia de las fibras en el papel inicial, se ha visto que es conveniente comprimir este papel inicial al menos durante el período en el cual las fibras se encuentran en estado hinchado.

15 La evaporación de la solución de hidrato de cloral puede favorecerse mediante caldeo en mayor o menor magnitud, de preferencia aplicando aspiración. Los vapores extraídos pueden hacerse pasar por un dispositivo de absorción para recuperar las sustancias utilizadas.

20 La evaporación mencionada puede efectuarse asimismo en unión de compresión, haciendo pasar el papel inicial impregnado con la solución de hidrato de cloral no hinchadora, por entre unos rodillos de presión caldeados.

25 Eligiendo correctamente la composición de la solución de hidrato de cloral no hinchadora, el grado al cual se exprime el papel inicial después de sumergido en esta solución, la temperatura y la trayectoria por sobre los rodillos calandradores, puede lograrse que las fibras del papel inicial alcancen una satisfactoria hinchazón superficial en el momento en que el papel pasa por entre los rodillos de presión, a fin de ser sometidas a la compresión necesaria.

30 La presión ejercida efectúa entonces una coalescencia y penetración mutua de las fibras en los puntos de contacto, como consecuencia de lo cual la continua evaporación, después de eliminada la condición

265782



de hinchazón, produce una adherencia mutua permanente de las fibras en el papel inicial.

5 La temperatura de los rodillos calandrades depende del punto de ebullición de la solución que ha de causar la hinchazón. Ahora bien, en general, han de utilizarse temperaturas de rodillo comprendidas entre 105° y 150°C, en vista del corto tiempo durante el cual el papel inicial se halla en contacto con los rodillos de presión.

No obstante, a temperaturas inferiores o superiores pueden obtenerse también resultados razonables.

10 Aun cuando el método conforme a la presente invención resulta especialmente importante cuando se aplica a la fabricación de papeles enteramente consistentes en fibras de ácido poliaminocaproico, la invención no se limita en modo alguno a tales papeles. Incluso los papeles que constan en gran parte de otras fibras, tales como fibras de celulosa u otras fibras de naturaleza orgánica o inorgánica, pueden reforzarse sensiblemente con el auxilio del método de la presente invención.

15 Además, el método conforme a la invención es aplicable no sólo a papeles iniciales fabricados a base de una suspensión acuosa, sino también a productos fibrosos obtenidos partiendo de suspensiones de fibras en un gas, o de banda continua de cartulina.

20 La invención se aclarará con referencia a los ejemplos siguientes, que describen ciertas, aunque no todas las posibles, formas de realización de aquella.

EJEMPLO I

25 Se sumergió en una solución al 20% en peso de hidrato de cloral en acetona un papel inicial que había sido obtenido a partir de una suspensión de fibras consistentes en su totalidad en ácido poliaminocaproico. A continuación se exprimió el papel inicial hasta dejarle todavía un contenido de alrededor del 100% en peso de la solución de hidrato de cloral.

30 Entonces se caldeó el papel inicial a una temperatura de 110°C,

265782



con lo cual se hizo evaporar la solución de hidrato de cloral. El papel así fabricado presentaba un aumento de resistencia mecánica con respecto al papel sin tratar, pero era muy poroso.

EJEMPLO II

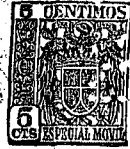
5 Un papel inicial de 64 g/m^2 como el descrito en el ejemplo I se impregnó por inmersión en una solución al 18% en peso de hidrato de cloral en acetona, y se exprimó después hasta dejarle al papel un contenido del 110% en peso de la solución. El papel se hizo pasar luego por alrededor de un cilindro caldeado a 60°C y, a continuación, por entre dos pares sucesivos de rodillos calandrades que estaban caldeados a 115°C .
10 Al pasar por el primer par de rodillos se llevó a cabo una compresión preliminar, efectuándose una compresión complementaria del papel inicial entre el segundo par de rodillos calandrades.

El papel así tratado poseía las siguientes propiedades:

15	Peso básico en g/m^2	64
	Resistencia a la tracción en metros	6.700
	(sentido de la máquina = s.m.)	
	Resistencia a la tracción en metros	3.250
	(sentido transversal = s.t.)	
	Alargamiento en % (s.m.)	30
20	Alargamiento en % (s.t.)	26,5
	Factor de rotura brusca	68
	Factor de desgarro (s.m.)	175
	Número de plegado (s.m.)	>150.000
	Número de plegado (s.t.)	12.000
25	Resistencia en húmedo (al cabo de 2 horas de inmersión en agua), en % de la resistencia en seco	65

EJEMPLO III

A un papel inicial ligeramente orientado, de la composición indicada en el ejemplo I, se le aplicó por aspersion en ambos lados una solución al 20% de hidrato de cloral en agua hasta darle al papel un con-



265782

tenido de casi su propio peso del agente hinchador. A continuación, al cabo de un período de reacción de algunos minutos, se hizo pasar el papel inicial impregnado 6 veces por entre unos rodillos a presión moderada. Los rodillos calandrades tenían una temperatura comprendida entre 110° y 120°C.

El papel así tratado poseía las siguientes propiedades:

Resistencia a la tracción (s.m.).....	2.900
Resistencia a la tracción (s.t.).....	800
Alargamiento en % (s.m.).....	10,2
Alargamiento en % (s.t.).....	13,9
Factor de desgarró (s.m.).....	162
Número de plegado (s.m.).....	>500.000
Número de plegado (s.t.).....	aprox.2.000
Resistencia en húmedo.....	60%

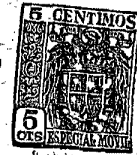
EJEMPLO IV

Se impregnó por inmersión, con una solución al 18% en peso de hidrato de cloral en acetona un papel inicial de 86 g/m² que había sido obtenido a partir de una suspensión de ácido poliaminocaproico y que, con respecto a las fibras, consistía enteramente en dicho polímero; este papel se exprimió a continuación hasta dejarle un contenido del 110% en peso de la solución. El papel inicial se pasó luego en primer lugar por alrededor de un cilindro a 60°C para evaporar parcialmente la solución de acetona, y después se calandró a una temperatura de unos 125°C.

El papel así tratado poseía las siguientes propiedades:

Peso básico, g/m ²	86
Resistencia a la tracción en m (s.m.)	5.200
Resistencia a la tracción en m (s.t.)	1.400
Alargamiento en % (s.m.)	21
Alargamiento en % (s.t.)	16,5

265782



Factor de rotura brusca	49
Factor de desgarro (s.m.)	175
Número de plegado (s.m.)	>20.000
Número de plegado (s.t.)	1.615
Resistencia en húmedo (al cabo de 2 horas de inmersión en agua), en % de la resistencia en seco	69

5
10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 17 de Marzo de 1.960, bajo el Número 249.557, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20 1^a.- Un método para la fabricación de papel a base de fibras de ácido poliaminocaproico, según el cual, sucesivamente, se forma un papel inicial partiendo de las fibras, se produce una hinchazón al menos superficial de las fibras del mismo, y se elimina por evaporación el agente hinchador tan pronto como se logra una mutua adherencia de las fibras en el papel inicial; caracterizándose dicho método por el hecho de que el papel inicial es impregnado con una solución de hidrato de
25 cloral no hinchadora, solución que se hace evaporar sobre el papel inicial, eligiéndose la cantidad de solución de hidrato de cloral de manera que la evaporación de dicha solución no es completa hasta que las fibras se han hinchado temporal y al menos superficialmente.

30 2^a.- Un método conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el papel inicial es impregnado con una solución acuosa

265782



de hidrato de cloral, conteniendo dicha solución por litro no más de 450 gramos de hidrato de cloral.

5 3^a.— Un método conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el papel inicial es impregnado con una solución de hidrato de cloral en acetona, conteniendo dicha solución por litro no más de 800 gramos de hidrato de cloral.

10 4^a.— Un método conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el papel inicial es impregnado con una solución de hidrato de cloral en alcohol etílico, conteniendo dicha solución por litro no más de 700 gramos de hidrato de cloral.

15 5^a.— Un método conforme a cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el papel inicial es impregnado con la solución de hidrato de cloral en tal cantidad y tal concentración que en el momento en que como resultado de la evaporación efectuada la solución de hidrato de cloral empieza a tener una acción hinchadora, dicho papel contiene no más del 15% al 25% en peso del hidrato de cloral, calculado a base del peso de las fibras poliamídicas presentes.

20 6^a.— Un método conforme a la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el papel inicial es impregnado con su propio peso de la solución, en el cual la concentración de hidrato de cloral se encuentra comprendida entre el 15% y el 25% en peso.

25 7^a.— Un método conforme a cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la evaporación de la solución de hidrato de cloral se efectúa haciendo pasar el papel inicial,

265782



impregnado con dicha solución, por alrededor de rodillos calandrades a una temperatura comprendida entre 105° y 125°C.

8º.- Un método para la fabricación de papel a base de fibras de ácido poliaminocaproico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 13 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

10 MAR 1951
[Handwritten signature]