

405786

21



P.- 51.795

REP:gg
Case: Giles & Espy 1
HL 34525

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION en España por VEINTE años

a nombre de HERCULES INCORPORATED *F.C. 29-4-75*

entidad norteamericana

Int. Cl.º *C08G, D21H*

establecida en 910 Market Street, Wilmington, Delaware
Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA RESINA SOLUBLE
EN AGUA".

(Clase Internacional C08g D21h)

17-8-72

405786

21



Esta invención se relaciona con nuevas resinas solubles en agua y con su uso en la fabricación de papel plisado. Esta invención se relaciona asimismo con soluciones acuosas esencialmente estables de estas nuevas resinas de un alto contenido de sólidos.

5

El plisado del papel imparte características de extensibilidad al mismo. El papel plisado se usa extensamente, debido a su alto régimen de aflojamiento. Cuando se aplica un esfuerzo, ocurre el rasgado o rotura del papel sólo después de un grado de alargamiento mayor que aquel que ocurre en el papel no plisado. El procedimiento de plisar hace el papel más flexible y consecuentemente más capaz de amortiguar los choques repentinos sin acumular los esfuerzos en el papel.

10

La suavidad es un atributo importante de los papeles finos higiénicos, papeles finos faciales, papeles para toallas y papeles semejantes. Estos papeles frecuentemente se plisan. El plisado aumenta la suavidad, disminuyendo la densidad aparente, disminuyendo la cantidad de la adhesión de las fibras y aumentando la elasticidad y comprensibilidad del papel.

15

20

Se emplean varios métodos en el ramo para plisar el papel. A un método para impartir características de extensibilidad (plisado) al papel en hojas, se hace frecuentemente referencia en el ramo como "plisado de cuchilla".

25

17-8-72

405786



El plisado de cuchilla, usualmente se logra durante el procedimiento de secado en un procedimiento de fabricación de papel. De esta manera por ejemplo, a medida que el papel sale de la sección de la prensa de una máquina
5 Fourdrinier, contiene de aproximadamente 30 por ciento a 35 por ciento de sólidos. El procedimiento de secado consiste de suministrar calor suficiente al papel para evaporar la mayoría del agua que queda en la hoja, después del prensado en húmedo. El secado usualmente se -
10 logra haciendo pasar la hoja a través de la superficie de un tambor calentado. Después de que se ha removido la cantidad de agua deseada desde la hoja de papel, el papel se separa y se quita de la superficie del tambor calentado por medio de un cuchilla raspadora. El papel
15 se plisa durante su separación y remoción del tambor calentado por medio de la cuchilla raspadora. El papel plisado puede además secarse si se requiere. Subsecuente-
mente, el papel plisado secado se enrolla en un mandril en la forma de un rollo para manejo subsecuente, almacenamiento u operaciones semejantes.
20

A otra manera de plisar el papel, se hace algunas veces referencia en el ramo como "plisado de cilindro". El procedimiento del plisado de cilindro es esencialmente igual que el procedimiento de plisado de cuchilla con la excepción de que la separación o remoción del
25
17-8-72

405786 21



papel desde el tambor calentado, se logra por medio de un mandril cubierto con caucho. Durante la remoción de la hoja de papel, se hace pasar entre el punto de sujeción formado mediante el mandril cubierto con caucho y el tambor calentado. El tambor calentado marcha a una velocidad dos veces más rápida que el mandril de caucho. Debido a la velocidad diferencial elevada, la presión en el punto de sujeción es esencialmente de 0. El plisado de la hoja de papel resulta cuando se quita del tambor calentado de esta manera.

La clave para plisar el papel mediante cualesquiera de los dos métodos anteriormente citados, es la adhesión del papel al tambor calentado. Esta adhesión debe controlarse cuidadosamente. Si la adhesión es inadecuada, la hoja de papel se removerá demasiado fácilmente desde la superficie del tambor, dando por resultado poco o ningún plisado del papel. Si la adhesión es de manera tal que la hoja se adhiere demasiado tenazmente al tambor calentado, se romperá o destruirá durante el plisado una cantidad considerable de adhesión interna de las fibras, mediante lo cual, las propiedades de resistencia física de la hoja plisada, se reducen considerablemente. Se aplica algunas veces un adhesivo resinoso a la superficie del tambor calentado para activar la adhesión deseada del papel a la superficie del tambor. En algunos procedimientos el adhe-

17-8-72

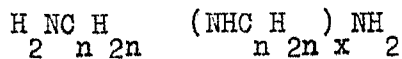


6 SE

405786

sivo se aplica ya sea externa o internamente a la hoja de papel, antes de que se ponga en contacto con la superficie del tambor calentado. Es difícil obtener y mantener la adhesión deseada, con ciertos adhesivos resinosos. Algunos adhesivos resinosos deseables, imparten propiedades de resistencia en húmedo al papel plisado, lo cual es indeseable en ciertos papeles plisados, tales como por ejemplo, el papel fino sanitario.

En el ramo de resinas, la patente Norteamericana Número 3.215.654 da a conocer un procedimiento para producir una resina soluble en agua que consiste en alquilar de aproximadamente 75 por ciento a 100 por ciento de nitrógeno de amina secundaria de una poliaminopoliámidas que contiene nitrógenos de amina secundaria, a fin de proporcionar una poliaminopoliámidas alquilada, siendo metilados opcionalmente los nitrógenos de la amina secundaria, mediante reacción con formaldehído y ácido fórmico, añadiendo epíclorohidrina a un medio acuoso de la poliaminopoliámidas alquilada y calentando la masa de reacción hasta una temperatura de 30°C., a 90°C., hasta que prácticamente haya reaccionado toda la epíclorohidrina, siendo la poliaminopoliámidas derivada mediante la reacción de un ácido dicarboxílico y una polialquilenpoliamina de la fórmula:



en donde n es un entero de 2 a 6 y x es un entero de 1 a 4.

17-8-72



405786

5 Sin embargo, las resinas de la patente del arte anterior, se dan a conocer como siendo útiles para la retención de materiales de relleno en el papel y la proporción de los reactivos es de 0,5 a 1,8 moles de epíclorohidrina por mol de grupos de amina.

10 De conformidad con esta invención se proporcionan resinas solubles en agua novedosas, adaptadas particularmente para usarse en el plisado del papel. Las resinas proporcionan una adhesión altamente satisfactoria y controlable al tambor calentado en la operación de plisar. Además, las resinas de esta invención imparten poca o ninguna resistencia en húmedo al papel plisado. La ausencia considerable de la resistencia en húmedo es de importancia específica en la fabricación del papel fino higiénico.

15 Las composiciones resinosas novedosas de esta invención son catiónicas y son solubles en agua. Las soluciones acuosas de las resinas se emplean en la fabricación de papel plisado, mediante los procedimientos anteriormente descritos.

20 Las resinas de esta invención se derivan alquilando primero, de preferencia metilando, los nitrógenos de amina secundaria de una poliaminopoliamida derivada mediante reacción de un ácido dicarboxílico y una alquilenpoliamina. Las poliaminopoliamidas y su método de fabricación, se des-

25
17-8-72

405786

21



cribirán con mayor detalle a continuación.

La poliaminopoliámidá se hace reaccionar con un agente de alquilación en un medio acuoso que tenga un pH inicial de aproximadamente 6 a aproximadamente 12 a una temperatura de aproximadamente 40°C., hasta aproximadamente 200°C. El pH preferido es de aproximadamente 8 a aproximadamente 11. La cantidad del agente de alquilación que se emplea será aquella suficiente para alquilar aproximadamente 75 por ciento a 100 por ciento de los nitrógenos de la amina secundaria de la poliaminopoliámidá. Esto usualmente requiere por los menos ,75 moles del agente de alquilación por mol del nitrógeno de la amina secundaria de la poliaminopoliámidá. Cualquier cantidad del agente de alquilación en exceso de aquella que se requiere para alquilar 100 por ciento de los nitrógenos de amina secundaria formará nitrógenos de amonio cuaternario con los nitrógenos alquilados. Al preparar las resinas de esta invención, la cantidad de los nitrógenos de amonio cuaternario que resultan de un exceso del agente de alquilación no debe exceder de aproximadamente 20 por ciento de los nitrógenos de amina secundaria, originalmente presentes en la poliaminopoliámidá.

Los compuestos que pueden emplearse como agentes de alquilación para llevar a cabo esta invención incluyen: sulfato de dimetilo; sulfato de dietilo; sulfato de dipro-

405786

21



pilo; cloruro de metilo; yoduro de metilo; bromuro de metilo; bromuro de etilo; bromuro de propilo; los fosfatos de mono-, di- y tri-metilo; los fosfatos de mono-, di- y tri-etilo; y los fosfatos de mono-, di y tri-propilo.

5 En otro aspecto de esta invención, los nitrógenos de amina secundaria pueden metilarse mediante reacción de la poliaminopoliamida con formaldehído y ácido fórmico. La reacción se lleva a cabo en un medio acuoso y durante la reacción, el sistema se mantiene a un pH de aproximadamente 1 a aproximadamente 6. El formaldehído y el ácido fórmico se añaden al medio acuoso que contiene la poliaminopoliamida en cantidades suficientes para metilar por lo menos aproximadamente el 75 por ciento de los nitrógenos de amina secundaria de la poliaminopoliamida. La temperatura del medio de reacción acuoso se mantiene a aproximadamente 40°C., hasta aproximadamente 100°C., durante la reacción. Aún cuando es posible metilar el 100 por ciento de los nitrógenos de amina secundaria de la poliaminopoliamida en esta reacción, cualquier cantidad de formaldehído y ácido fórmico en exceso de aquella requerida para una metilación del 100 por ciento, no dará por resultado la formación de nitrógenos de amonio cuaternario. Por lo tanto, en este aspecto de la invención, no se forman nitrógenos de amonio cuaternario. Aún cuando puede usarse cualquier ácido orgánico o ácido inorgánico para mantener el pH deseado

10

15

20

25

17-8-72

405786

21 A



5 del medio de reacción, se prefiere para los objetos de -
esta invención, usar ácido fórmico para este objeto. De
esta manera, al llevar a cabo la invención, la cantidad
de ácido fórmico que se emplea será en exceso de aquella
cantidad estequiométricamente equivalente a la cantidad
de formaldehído que se emplee, siendo el exceso aquel re-
querido para mantener el pH deseado del medio de reacción.

10 La poliaminopoliámida alquilada se hace reaccio-
nar subsecuentemente con epíclorohidrina en un medio acuo-
so a un pH de aproximadamente 7 a aproximadamente 11, a una
temperatura de aproximadamente 30°C., a aproximadamente 90°C.,
durante un período de tiempo de aproximadamente 5 minutos,
a aproximadamente 6 horas. El tiempo varía inversamente con
la temperatura. La temperatura preferida queda dentro de -
15 la escala de aproximadamente 40°C., a 70°C. El tiempo de -
reacción a estas temperaturas, será de aproximadamente 1/2
a 2 horas. En cualquier caso, la reacción se lleva a cabo
hasta que se haya hecho reaccionar prácticamente todo el -
reactivo de epíclorohidrina.

20 Al preparar el medio de reacción acuoso, es desea-
ble que esencialmente toda la poliaminopoliámida se disuelva
en el mismo. Puede añadirse al medio acuoso un alcohol mis-
cible en agua, tal como por ejemplo metanol, etanol, propanol,
isopropanol y butanol terciario, a fin de completar la diso-
25 lución de aquellas poliaminopoliámidas que no son completamen

17-8-72

405786

21



te solubles en agua. La cantidad de alcohol que se emplee será aquella que se requiere para proporcionar una disolución casi completa de la poliaminopoliáamida.

5 En la reacción de la poliaminopoliáamida alquiladaepiclorohidrina, la cantidad de epiclorohidrina que se emplea es importante y será de aproximadamente ,10 moles a ,33 moles de epiclorohidrina por mol de nitrógeno de amina de la poliaminopoliáamida alquilada y de preferencia de aproximadamente 0,20 moles o 0,30 moles.

10 La poliaminopoliáamida empleada para llevar a cabo esta invención, se deriva mediante reacción de una polialquilenpoliamina y un ácido dicarboxílico. El ácido dicarboxílico se hace reaccionar con la polialquilenpoliamina bajo condiciones de manera tal como para producir una cadena larga de poliaminopoliáamida.

15 Los ácidos dicarboxílicos apropiados que pueden usarse para preparar la pliaminopoliáamida incluyen ácido diglicólico y los ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados que contienen de 4 a 10 átomos de carbono, tales como el ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, 20 ácido subérico, ácido azeláico y ácido sebácico.

Otros ácidos dicarboxílicos apropiados incluyen el ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico y los ácidos dicarboxílicos alfa-no saturados tales como el ácido maléico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido glutacónico, 25

17-8-72

405786



ácido citracónico y ácido mesacónico.

Los anhídridos disponibles de los ácidos anterior-
mente citados, pueden usarse para preparar la poliaminopolia
mida así como las amidas de los mismos. Los ésteres de los -
5 ácidos anteriores pueden usarse para preparar la poliaminopo
liamida. Otro éster que puede usarse es un éster del ácido
malónico, tal como por ejemplo malonato de dimetilo, malona-
to de dietilo y malonato de dipropilo. Las mezclas de dos ó
10 más de los reactivos anteriormente citados, pueden usarse
para preparar las poliaminopoliamidas, si es que se desea.
De esta manera por ejemplo, puede usarse una mezcla de
dos ácidos diferentes; puede usarse una mezcla de dos
anhídridos diferentes; puede usarse una mezcla de dos
ésteres diferentes; puede usarse una mezcla de dos ami-
15 das diferentes; puede usarse una mezcla de por lo menos
un ácido y por lo menos un éster; puede usarse una mezcla
de por lo menos un anhídrido y por lo menos un ácido; y pue
de usarse un anhídrido y por lo menos un éster.

La polialquilenpolimana que se emplea tendrá la sí
20 guiente fórmula:



en donde n es un entero de 2 a 6 y x es un entero de 1 a 4.
Los ejemplos específicos de las polialquilenpoliaminas que
25 pueden emplearse, incluyen dietilentriamina, triilentetra-

17-8-72

405786

21 A



mina, tetraetilenpentamina, dipropilentriamina, dihexametilentriamina, pentaetilenhexamina e iminobis(propilamina). Pueden usarse si se desea, mezclas de dos o más alquilenpoliaminas.

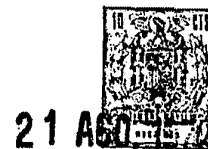
5 La separación de los nitrógenos de amina secundaria en la poliaminopoliamida, puede aumentarse si se desea. Esto puede lograrse substituyendo una diamina tal como etilendiamina, 1.3-diaminipropano, 1.2-diaminopropano, hexametilendiamina y semejantes, por una porción de la polialquilenpoliamina. Para este objeto, pueden reemplazarse
10 hasta aproximadamente 60 por ciento de la polialquilenpoliamina por una cantidad molecularmente equivalente de diamina.

Las temperaturas empleadas para llevar a cabo la reacción entre el ácido dicarboxílico y la polialquilenpoliamina puede variar de aproximadamente 110°C., a aproximadamente 250°C., o más elevadas, a presión atmosférica. Se
15 prefieren temperaturas entre aproximadamente 160°C., y 210°C. Si se emplea presión reducida pueden usarse temperaturas más bajas. El tiempo de la reacción será de aproximadamente 1/2
20 hora a 2 horas y variará inversamente con la temperatura.

Al llevar a cabo la reacción, se prefiere usar una cantidad de ácido dicarboxílico suficiente para reaccionar con prácticamente todos los nitrógenos de amina primaria de la polialquilenpoliamina, pero insuficiente para reaccionar
25 con los nitrógenos de amina secundaria hasta un grado consi-

17-8-72

405786



derable. Esto usualmente requerirá una relación molar de polialquilenpoliamina a ácido dicarboxílico de aproximadamente 0,9 a 1 hasta aproximadamente 1,2 a 1. Las relaciones molares preferidas son de aproximadamente 0,92: 1 a 1,14: 1.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de esta invención. En los ejemplos, las partes y los porcentajes son en peso.

Ejemplo 1

10 Se colocan dietilentriamina, 100 partes, y agua, 50 partes, en un recipiente de reacción equipado con un agitador impulsado por motor, un termómetro y un condensador. A esto se añaden 146 partes de ácido adípico. Después de que el ácido se ha disuelto en la dietilentriamina, la solución resultante se calienta y se mantiene a una temperatura de aproximadamente 170°C., a 175°C., durante 1-1/2 horas. La masa de reacción se enfría a temperatura ambiente y se diluye con agua hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 75 por ciento. A 50 partes de la solución de contenido de sólidos de 50 por ciento de la poliaminopoliamida anteriormente citada que tiene una viscosidad específica reducida = 0.155 (= sp/C a C = 2g./100 ml., en HN₄Cl de 1M a 25°C.) se añaden 13,8 partes de ácido fórmico al 88 por ciento y 10,5 partes de formaldehído al 37 por ciento. La mezcla resultante se calienta lentamente hasta la

17-8-72

405786

21 A



temperatura de reflujo, se hierve a reflujo durante una hora, se enfría luego, se deluye con 45 partes de agua y se ajusta hasta un pH de aproximadamente 8,5 con NaOH de concentración 10 N . A esta masa de reacción se añaden 2,7 partes de epíclorohidrina. La masa resultante se calienta a temperatura de 60° a 65°C., durante 1.1 horas, mientras que la viscosidad de la mezcla aumenta hasta una lectura de Gardner-Holdt "M" (de una muestra enfriada a temperatura de 25°C.). La solución después de diluirse con 246 gramos de agua y de ajustarse a un pH de 4 con H₂SO₄, tiene una viscosidad Brookfield de 29 centipoises a 25° C. (Viscosímetro Brookfield Modelo LVF Huso Número 1, 60 revoluciones por minuto).

La solución de resina anteriormente citada, se emplea para plisar papel, mediante el procedimiento de plisado de cuchilla, con resultados altamente satisfactorios. La solución de resina se añade en el extremo húmedo del procedimiento de fabricación de papel y antes de la formación de las hojas. La cantidad de la solución de resina empleada, será aquella suficiente para suministrar de aproximadamente 0,01 por ciento a aproximadamente 1 por ciento y de preferencia 0,1 por ciento a aproximadamente 0,2 por ciento en peso, basándose en el peso en seco de la pasta de papel. La adición de la solución de resina puede efectuarse hacia la bomba del ventilador, el aparato de refinación, la caja

17-8-72

405786²¹



de la máquina y semejantes.

Ejemplo 2

En un recipiente para resina equipado con un agitador, tubo de rociadura de nitrógeno, termómetro y cabeza de destilación, se cargan 61,9 partes (0,60 moles) de dietilentriamina, 16,2 partes (0,27 moles) de etilendiamina, 19,77 partes (0,267 moles) de 1.3-diaminopropano y 175,2 partes (1,20 moles) de ácido adípico. La mezcla se calienta a temperatura de 175°C., y se mantiene a esa temperatura durante 4 horas, mientras que se recogen 39,7 partes de destilado. Se produce una masa de reacción viscosa que se diluye con aproximadamente 220 partes de agua a temperatura de 80°C., y se enfría para proporcionar una solución con un contenido de sólidos de 52,2 por ciento. La poliaminopoliamida tiene una viscosidad específica reducida (VER) = 0,142 (= sp/C en NH₄Cl de 1 M acuoso a 25°C., en donde C = 2 g. de sólidos/100 mililitros de solución). A 47,9 partes de la solución anteriormente citada, se añaden 2,1 partes de agua, 7,7 partes de ácido fórmico al 88 por ciento y 5,85 partes de formaldehído al 37 por ciento. La mezcla resultante se calienta a temperatura de 100°C., y se hierve a reflujo durante 1 hora, se enfría y se ajusta a un pH de 8,5 con 6,7 partes de NaOH al 50 por ciento. A la solución resultante se añaden 1,48 partes de epíclorohidrina para proporcionar

17-8-72

405786

21



una solución que subsecuentemente se calienta a temperatura de 74° a 78°C., durante 3.6 horas y luego se enfría a temperatura ambiente. La solución de resina resultante contiene 38,1 por ciento de sólidos y puede emplearse para plisar papel mediante el procedimiento de plisado de
5 cuchilla, con buenos resultados.

Ejemplo 3

Una mezcla agitada de 151,4 partes (0,80 moles) de tetraetilenpentamina, 35,0 partes de agua y 134,8 partes (0,667 moles) de ácido sebácico, se calienta a temperatura de 170° a 183°C., durante aproximadamente 1.7 horas con la evolución de 57,06 partes de un destilado acuoso. La poliaminopoliamida resultante se decanta y se enfría a temperatura ambiente. El polímero tiene una viscosidad
10 específica reducida = 0,24 (que se mide como una solución de 2 gramos/100 mililitros, en NH_4Cl de 1 M a 25°C.). A 25 partes de la poliaminopoliamida preparada de esta manera, se añaden 27,5 partes de alcohol isopropílico, 35 partes de agua y 24,9 partes de ácido fórmico al 88 por ciento.
15 La solución resultante se trata con 18,9 partes de formaldehído al 37 por ciento y se hierve durante una hora bajo condiciones de reflujo. La mezcla se ajusta luego hasta un pH de 8,5 con 24,2 partes de NaOH al 50 por ciento, se diluye con 35 partes de agua y 27,5 partes de alcohol isopropílico
20 y se añaden a la misma, 4,8 partes de epíclorohidrina. La

17-8-72



mezcla se calienta a temperatura de 65°C., durante 2.5 horas y luego se diluye con 250 partes de H₂O para proporcionar una solución de resina de un contenido de sólidos de 12,85 por ciento que puede emplearse para plisar papel mediante el procedimiento de plisado de cuchilla, con buenos resultados.

Ejemplo 4

A una solución agitada de 50 partes de una aminopoliamida de viscosidad específica reducida = 0,16 (que se deriva de una relación molar de 1:1 de dietilentriamina y ácido adípico que se calienta durante aproximadamente 1.5 horas a temperatura de 170°C. a 175°C., con la destilación de agua (en 150 partes de agua, se añaden 29,5 partes de dimetilsulfato a través de un período de 10 minutos. La mezcla resultante se calienta durante 1 hora a temperatura de 50°C., y luego se ajusta a un pH de 10 con NaOH al 50 por ciento. La mezcla resultante se enfría a temperatura de 40°C., y se añaden 5,32 partes de epíclorohidrina. La mezcla resultante se calienta a temperatura de aproximadamente 63°C., durante 28 minutos a través de cuyo período de tiempo, la viscosidad Gardner-Holdt (de la muestra enfriada a temperatura de 25°C.) se eleva a M. La mezcla se diluye luego con 622 partes de agua y se ajusta a un pH de 4,0 con H₂SO₄ para proporcionar una solución de resina con un contenido de sólidos de 11,7 por ciento, cuya solución puede emplearse para plisar papel

17-8-72

405786

21



mediante el método de plisado de cuchilla, con buenos resultados.

Ejemplo 5

Una mezcla de 200 partes de dietilentriamina,
5 200 partes de agua y 260,2 partes de ácido itacónico se calienta a temperatura de 168° a 175° C., durante 1.8 horas, después de que ha transcurrido este período de tiempo se recogen 257 partes del destilado acuoso. A una solución de 25 partes de la poliaminopoliamida anteriormente citada en 25 partes de agua se añaden 13,85 partes de
10 ácido fórmico al 88 por ciento y 10,5 partes de formaldehído al 37 por ciento. La mezcla se hierve bajo condiciones de reflujo durante 1 hora, se enfría, se ajusta a un pH de 8,5, con 11,6 partes de NaOH al 50 por ciento y se
15 diluye con 90 partes de agua. A esta solución se añaden 2,76 partes de epibromhidrina. La mezcla resultante se calienta a temperatura de 65° a 75°C., durante 5.25 horas. El pH de la masa de reacción, se ajusta luego a un valor de 11 con 1,4 partes de NaOH al 50 por ciento y el calentamiento se continúa a temperatura de 65° a 75°C., durante
20 1.6 horas adicionales. La solución resultante contiene 25,4 por ciento de sólidos en total y puede usarse para el plisado del papel mediante el procedimiento de plisado de cuchilla, con buenos resultados.

25

Las resinas de los ejemplos anteriores, imparten

17-8-72

405786

21



poca o ninguna resistencia en húmedo al papel plisado en el cual se emplean.

5 La descripción y los ejemplos anteriores son ilustrativos de esta invención y no constituyen una limitación de la misma.

10 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 12 de Agosto de 1.971, bajo el número 171.314, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de la Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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

20 1.- Un procedimiento para producir una resina soluble en agua que comprende alquilar de aproximadamente 75 por ciento a 100 por ciento de los nitrógenos de amina secundaria de una poliaminopoliamida que contiene nitrógeno de amina secundaria para proporcionar una poliaminopoliamida alquilada, añadir epíclorohidrina a un medio acuoso de la poliaminopoliamida alquilada y calentar la masa de reacción a una temperatura de 30° C. a 90° C. hasta

25
17-8-72

m/c

405786

22 FEB 1975



que prácticamente toda la epíclorohidrina haya reaccionado, habiendo sido derivada la poliaminopoliámida mediante la reacción de un ácido dicarboxílico y una polialquilenpoliamida de la fórmula:

5



en donde n es un entero de 2 a 6 y x es un entero de 1 a 4, caracterizado por una proporción de 0,10 a 0,33 moles de epíclorohidrina por mol de nitrógeno de amina de la poliaminopoliámida alquilada.

10

2.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por una proporción de epíclorohidrina de 0,20 moles a 0,30 moles.

15

3.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado en que los nitrógenos de amina secundaria se metilan mediante reacción con formaldehído y ácido fórmico.

20

4.- Un procedimiento de conformidad con cualesquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que el ácido dicarboxílico a partir del cual se deriva la poliaminopoliámida es ácido adípico.

25

5.- Un procedimiento de conformidad con cualesquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que la polialquilenpoliamina es dietilentriammina o trientilentetramina.

6.- Un procedimiento para producir una resina

405786



soluble en agua.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an
tecede y para los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,
P.A.

22 FEB. 1975

Alberto de Elzaburu

Por Poder

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'A. de Elzaburu', written over a horizontal line.

AME

20.2.75.
AMC,