

Int. Cl. D.21B

No 416.523

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a la solicitud de un

2º CERTIFICADO DE ADICION

Solicitante: WIGGINS TEAPE RESEARCH & DEVELOPMENT LIMITED.

Residencia: Gateway House, 1 Watling Street, LONDON EC4P
4AU, Inglaterra.-

Enunciado: MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE
PRINCIPAL NUM. 411.005 por: METODO DE FABRICACION
DE PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO.

Prioridad: de la solicitud de patente británica
No. 30996/72 presentada provisionalmente el 3-7-72 y
completada el 19 de junio de 1.973-

anr.-

El invento se refiere a mejoras o modificaciones aportadas al método de fabricación de materiales fibrosos no-tejidos descrito y reivindicado en la Solicitud de Patente Española Nº 411005.

5 En la Solicitud de Patente Española Nº 411005 se describe y reivindicada un método para la fabricación de papel u otros materiales fibrosos no-tejidos incluyendo dicho método las distintas etapas que consisten en producir, en un aparato generador de espuma, un medio líquido espumoso formado por un gas que se dispersa bajo la forma de burbujas muy pequeñas dentro de un líquido que contiene un agente tensio-activo, dispersar las fibras en el medio líquido espumoso, depositar la dispersión de fibras y el medio líquido espumoso sobre un soporte foraminoso, y realizar el drenaje del líquido que se encuentra en la dispersión, a través del soporte, para formar en dicho soporte una hoja de material fibroso, estando dicho método caracterizado por las etapas de predeterminación del porcentaje del volumen de gas que debe estar contenido en la dispersión de fibras y en el medio líquido espumoso, de control de la dispersión para averiguar el porcentaje del volumen de gas en la dispersión durante la circulación de ésta hasta el lugar en que se deposita sobre el soporte foraminoso, y de comprobación del funcionamiento del aparato espumígeno para regular el porcentaje del volumen de gas en el medio líquido espumoso producido en dicho aparato según los resultados obtenidos por el control.

El presente método de fabricación tiene unas ventajas considerables con relación a los métodos de fabricación convencionales de aplicación húmeda que utilizan dispersiones acuosas no espumosas de fibras, siendo una de las ventajas especiales la facultad de obtener buenas dispersiones de fibras sintéticas

relativamente largas y/o cortas, y por tanto la facultad de fabricar materiales que sustituyan a los tejidos y que tengan unas propiedades aceptables de suavidad y de drapeado.

Sin embargo, estas propiedades se obtienen normalmente en perjuicio de la resistencia, ya que la etapa de espumación de la dispersión de fibras produce normalmente una reducción del número de uniones de las fibras entre sí en el material fabricado.

Por consiguiente, se suele incorporar una materia aglutinante tal como el látex o una materia polímera tal como la que viene descrita en la Especificación de la Patente Inglesa Nº 1314211, en los materiales fibrosos no-tejidos fabricados por el método de espumación, con el fin de dar al material fibroso no-tejido una fuerza suficiente, estando la materia aglutinante bien incluida en la dispersión de fibras espumosas antes de la formación de la hoja, o bien introduciéndose en el material fibroso no-tejido después de su formación, por ejemplo por saturación.

Se puede apreciar a través de cuanto antecede, que cuando se usa el método de espumación para fabricar los materiales fibrosos no-tejidos, se requiere primero un agente tensio-activo para producir una espuma que tenga las propiedades requeridas y segundo una materia aglutinante capaz de dar al material fabricado una resistencia aceptable.

Según el presente invento, un método de fabricación de materiales fibrosos no-tejidos, de acuerdo con lo que se reivindica en la Reivindicación 1 de la Solicitud de Patente Española Nº 411005, está caracterizado por el uso de un agente tensio-activo que sirve para realizar la espumación del medio líquido y sirve también como material aglutinante en la hoja de material fibroso obtenida.

El método objeto del invento tiene la ventaja de que sólo requiere la adición una sola vez de un solo material para obtener dos resultados requeridos.

Como ejemplos de agentes tensio-activos convenientes para utilizar con el método objeto del invento, tenemos las gomas hidrofílicas de origen natural o sintético. Las gomas naturales incluyen las gomas a base de hidratos de carbono y de proteínas constituidas por gomas de origen animal, vegetal y microbiano. Se utilizan especialmente las gomas vegetales y sus derivados, por ejemplo los éteres celulósicos, los ésteres celulósicos y las proteínas de soja. Como ejemplos especiales de agentes tensio-activos convenientes para utilizar con el método objeto del invento, tenemos el Chek-R-Bond (Marca de Fábrica) que es un agente tensio-activo de proteína de soja producido por la Ralston Purina Company, y el Klucel E (Marca de Fábrica) agente tensio-activo de celulosa de hidroxipropilo de baja viscosidad producido por Hercules Incorporated.

Aunque los agentes tensio-activos arriba mencionados pueden utilizarse solos o en combinación, también pueden utilizarse combinados con un segundo agente tensio-activo convencional, que aunque sirva para ayudar a la espumación del medio líquido, no sirve como material aglutinante en la hoja de material fibroso formada.

El método objeto del invento se lleva a la práctica de la forma descrita en la Solicitud de Patente Española Nº 411005, pero se describirá aquí a título de ejemplo refiriéndose a trabajos de laboratorio que pueden inmediatamente hacerse en mayor escala para permitir una producción comercial.

Ejemplo I

Se disolvieron 20 gr. de Klucel E (según mencionado más

arriba) añadiéndolos a 400 ml. de agua fría sometida a fuerte agitación. Luego, se redujó el grado de agitación pero esta siguió hasta obtener una solución exenta de gelatina.

5 Se pulverizaron 40 gr. de pasta de madera blanda sulfitada en dos litros de agua, utilizando un Pulverizador British Standard funcionando a 3.500 rpm.

10 Luego se añadió la solución de Klucel E a la dispersión de pasta, y la mezcla se diluyó en agua fría hasta llegar a un volumen total de 5 litros. Luego, se hizo una espuma con la mezcla en una celula de flotación por espuma de Denver según se describe en la Solicitud de Patente Española Nº 411005, hasta después de que la dispersión acuosa espumosa haya permanecido estabilizada durante 15 minutos con el contenido de aire requerido de aproximadamente un 60% del volumen.

15 Partes de la dispersión acuosa espumosa conteniendo el suficiente material sólido para hacer unas hojas de prueba de 60 g/m², se desecaron por vacío en una máquina de hacer hojas de prueba de Frank. Las hojas de prueba así producidas se secaron luego a 90°C utilizando un secador giratorio de tipo fotográfico.
20 Las hojas secas se calentaron entonces a la temperatura de 130°C durante 5 minutos utilizando el mismo secador.

Las hojas de prueba así producidas así como unas hojas de prueba de control similares hechas a partir de una dispersión de pasta de madera blanda sulfitada espumada de la misma forma utilizando 6 gr. de Tritox X 100 que es un agente tensio-activo no iónico suministrado por Rohm & Hass, se sometieron entonces a pruebas según se describe a continuación para medir su resistencia a la tracción y sus propiedades de alargamiento y drapeado.

Las pruebas se hicieron de la forma siguiente :

1) Resistencia a la tracción

Unas cintas cortadas en las hojas de prueba, de 30mm. de ancho sujetadas por pinzas situadas a 100 mm. de distancia entre sí, fueron sometidas a una fuerza de tensión creciente, y se midió la fuerza aplicada en el momento de la ruptura de las cintas. Los resultados se midieron en g/30 mm. y se convirtieron luego en N/30 mm.

2) Alargamiento

Esta medición se hizo simultáneamente con la de la resistencia a la tracción, siendo el resultado dado el incremento del porcentaje de longitud de las cintas en el momento de la ruptura.

3) Drapeado

Este se midió empujando una tira de 30 mm. de ancho cortada en las hojas de prueba, sobre el borde de una plataforma hasta que caiga libremente formando un ángulo de 45°. La longitud de la tira requerida para llegar a formar este ángulo se midió en milímetros. Los resultados de las pruebas fueron los siguientes.

	Resistencia a la tracción	Alargamiento	Drapeado
Hojas de control	5.8 N/30 mm.	1.4%	131 mm.
Hojas del invento	7.3 N/30 mm.	1.4%	135 mm.

A través de los resultados anteriores, podemos ver que las hojas fabricadas según el invento tenían un 26% más de resistencia a la tracción que las hojas de control, sin que haya ningún cambio en las propiedades de alargamiento y con sólo un empeoramiento muy ligero de las propiedades de drapeado.

El incremento de resistencia de las hojas fabricadas según el invento, resulta del uso de un agente tensio-activo que

proporciona la aglomeración de las hojas fabricadas. Durante la espumación de la mezcla inicial, las fibras de pasta de madera se cubren de una fina película de material Klucel E, y debido a las propiedades termo-plásticas del Klucel E, estas películas
5 se ablandan durante el secado de las hojas y luego funden de modo que después de secar las hojas se encuentran considerablemente reforzadas.

A pesar de sus propiedades termo-plásticas, el Klucel E es hidrosoluble, y las hojas fabricadas según descrito anteriormente
10 se desintegran por completo en 100 ml. de agua fría al cabo de 5 segundos de sacudirlas suavemente en el agua.

Ejemplo II

Se calentaron 260 ml. de agua destilada en un baño maría, y mientras se removía bien el agua, se le añadió 22 gr. de Chek-
15 R-Bond (según mencionado anteriormente). Se adicionaron entonces 10 ml. de solución de hidróxido sódico al 10% a la dispersión de Chek-R-Bond, y se siguió calentando y agitando hasta mantener durante 30 minutos una temperatura constante de 60°C.

Entonces se sacó la dispersión del baño maría y se dejó
20 enfriar.

Luego se dosificaron 20 ml. de una solución al 30% de Nansa SL 30 (Marca de Fábrica), que es un agente tensio-activo aniónico suministrado por Albright & Wilson Ltd.

Se pesaron 18 gr. de fibras de rayón de 1,5 deniers de 10 mm.
25 de longitud.

Se pulverizaron 42 gr. de pasta sulfitada de madera blanda en 2 litros de agua utilizando un Pulverizador British Standard funcionando a 3.500 rpm.

La dispersión de Chek-R-Bond, la solución de Nansa SL 30 y la dispersión de pasta de madera fueron entonces mezcladas y

diluidas en agua fría hasta llegar a un volumen total de 6 litros. Luego se espumó la mezcla según se describe en el Ejemplo I, añadiéndose las fibras de rayón a la mezcla mientras se formaba la espuma. Al cabo de 20 minutos, la dispersión acuosa espumosa obtenida se había estabilizado con un contenido de aire requerido del 72,5% del volumen.

Entonces, partes de la dispersión acuosa espumosa conteniendo el suficiente material sólido para hacer unas hojas de prueba de 70 g/m² se desecaron por vacío en una máquina de hacer hojas de prueba de Frank, secándose entonces las hojas producidas a 150°C en un secador giratorio de tipo fotográfico.

Las hojas de control de 70 g/m² fueron producidas de la misma forma utilizando una dispersión de fibras según se ha descrito, pero añadiendo sólo 6 gr. de Nansa SL 30 como agente tensio-activo, y luego las hojas de control y las hojas fabricadas según el invento, se sometieron a las pruebas descritas en el Ejemplo I.

Los resultados de estas pruebas fueron los siguientes :

	Resistencia a la tracción	Alargamiento	Drapeado
Hojas de control	4.2 N/30 mm.	0.8%	151 mm.
Hojas del invento	20.1 N/30 mm.	0.9%	159 mm.

A través de los resultados anteriores, se puede ver que las hojas fabricadas según el invento tenían aproximadamente un 400% más de resistencia a la tracción que las hojas de control, así como un aumento de las propiedades de alargamiento y sólo un empeoramiento muy leve de las propiedades de drapeado.

Ejemplo III

Se calentaron 97,5 ml. de agua destilada en un baño maría y mientras se removía bien el agua, se le añadió 18,0 gr. de proteína de soja Procote (Ralston Purina Co.). Se añadieron 8,5 ml. de una solución de hidróxido sódico al 10% a la dispersión de Procote y se siguió calentando y agitando hasta haber
5 mantenido una temperatura constante de 60°C durante 30 minutos.

Luego, la dispersión se sacó del baño maría y se dejó enfriar.

Entonces, se midieron 48 ml. de una solución al 30% de Nansa SL 30 (Marca de Fábrica), que es un agente tensio-activo aniónico suministrado por Albright and Wilson Ltd..
10

Se pulverizaron 60 gr. de pasta sulfitada de madera blanda en 2 litros de agua, utilizando un Pulverizador British Standard funcionando a 3.500 rpm.

Entonces, se mezclaron 26,5 ml. de la dispersión de Procote, el Nansa SL 30 y la dispersión de pasta de madera, diluyendo esta mezcla con agua fría hasta llegar a un volumen total de 6 litros. La mezcla se hizo espumosa según descrito en el Ejemplo I. Al cabo de 20 minutos, la dispersión acuosa espumosa obtenida
15 se había estabilizado con un contenido de aire requerido del 65% del volumen.
20

Partes de la dispersión acuosa espumosa conteniendo el suficiente material sólido para producir hojas de prueba de 70 g/m² fueron entonces desecadas por vacío en una máquina de hacer hojas de prueba de Frank. Las hojas producidas se secaron
25 entonces a 150°C en un secador giratorio de tipo fotográfico.

De la misma forma, se hicieron las hojas de control de 70 g/m² utilizando una dispersión de fibras según se ha descrito pero añadiendo sólo 48 ml. de Nansa SL 30 como agente tensio-activo.

Se hicieron dos juegos más de hojas de prueba correspondientes a los juegos de Procote y de control, utilizando el procedimiento descrito anteriormente, con la diferencia de que la pasta sulfitada de madera blanda pulverizada fué sustituida por el mismo tipo de pasta que había sido batida hasta llegar a una humedad de 30 % Schopper-Riegler en una batidora de laboratorio.

Los cuatro juegos de hojas fueron entonces sometidos a las pruebas de resistencia a la tracción y de alargamiento descritas en el Ejemplo I. Además, se midió el grueso de las hojas de prueba utilizando un espesímetro S.I.G. con una presión en el yunque de 0,49 kg/cm² (7 libras/pulgadas cuadradas). Luego, se calcularon los volúmenes específicos aparentes (cc/g) de las muestras de papel, dividiendo los gruesos (μ m.) por los pesos respectivos por superficie unitaria (g/m²) de las hojas.

Los resultados de las pruebas fueron los siguientes :

	Pasta Pulverizada		Pasta Batida (30%SR)	
	Nansa sólo	Nansa & Procote	Nansa sólo	Nansa & Procote
20 Volumen específico aparente (cc/g)	6.8	4.6	4.0	5.9
Resistencia a la tracción (N/30 mm.)	5.8	8.3	20.1	27.2
25 Alargamiento (%)	1.8	1.7	2.4	1.9

Estos resultados indican que mientras hay un aumento de la resistencia resultante del uso de un agente tensio-activo que produce un efecto aglomerante, puede producirse una reducción del volumen específico aparente no deseable para algunas aplicaciones. Sin embargo, al utilizar un agente tensio-activo de

1 proteínas con una pasta batida, no solo la resistencia
aumenta considerablemente, debido al efecto de batido y
de aglomeración de la proteína, sino que el volumen es-
pecífico aparente también se mantiene a un nivel elevado.

5 La mejora obtenida en la resistencia a la -
tracción y en el volumen específico aparente puede explicar
se por la formación de puentes entre las fibras, formados
por fibrillas levantadas de las superficies de las fibras
por el batido, y que se han unido a las superficies de otras
10 fibras por las películas secas de proteína.

El presente Segundo Certificado de Adición,
que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

15 1. Mejoras introducidas en el objeto de la
patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL
U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, caracterizadas porque se
utiliza un agente tenso-activo que sirve para realizar la
espumación del medio líquido y sirve también como materia
aglomerante en la hoja de material fibroso formada.

20 2. Mejoras introducidas en el objeto de la
patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL
U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según la reivindicación 1,
caracterizadas porque el agente tenso-activo es una goma hi-
drofila de origen natural o sintético.

25 3. Mejoras introducidas en el objeto de la
patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL
U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según la reivindicación 2,
caracterizadas porque se emplea goma natural de hidrato de
carbono o de proteína como agente tenso-activo.

30 4. Mejoras introducidas en el objeto de la

1 patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE
PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según la reivindicación 3, caracterizadas porque se utiliza goma de celulosa o proteína de soja como agente tenso-activo.

5 5. Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque se utiliza un agente tenso-activo combinado con un segundo agente tenso-activo aconvencional que sirve para ayudar a la es-
10 pumación del medio líquido, pero no sirve igualmente como material aglomerante en la hoja de material fibroso formada-

6. Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE
15 PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según una cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizadas porque por lo menos algunas de las fibras utilizadas han sido batidas.

7. Mejoras introducidas en el objeto de la
20 patente principal 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO, según la reivindicación 6, caracterizadas porque las fibras batidas han sido batidas hasta por lo menos 30ºSR.

8. Se reivindica por último como objeto sobre
25 el que ha de recaer el 2º certificado de adición que se solicita: MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL No. 411.005 por: METODO DE FABRICACION DE PAPEL U OTRO MATERIAL FIBROSO NO TEJIDO.

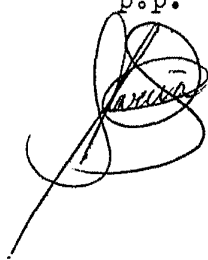
Todo conforme queda descrito y reivindicado
en la presente memoria descriptiva que consta de trece pá--
ginas mecanografiadas.

Madrid, 3 de julio de 1.973

5

BERNARDO UNGRIA

D.P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'Bernardo Ungria', written over a circular stamp or mark. The signature is somewhat stylized and overlaps the circular element.

10

15

20

25