

F. C. 23-9-75

CO9J, B31B



419462

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR DERIVADOS DE ALMIDON EN POLVO O GRANO, SOLUBLES EN AGUA FRIA, Y CUYAS SOLUCIONES POSEEN PROPIEDADES REOLOGICAS PLASTICAS", a favor de D. Antonio SABATER de Sabatés, de nacionalidad española, domiciliado en BARCELONA - Corberas, 18.

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente Patente de Invención se refiere a un procedimiento de producción de colas de almidón precocidas con propiedades reológicas diferentes a las usuales.

5. La precocción del almidón o de los derivados del mismo es objeto de práctica corriente industrial, y suelen producirse sometiendo el almidón a una cocción en caliente sobre cilindros rotatorios. Este procedimiento ha obtenido un éxito creciente en todo el mundo puesto que así pueden fabricarse productos que posean substancialmente las mismas propiedades que el almidón o los derivados del mismo cuando son sometidos a la cocción, pero sin necesitar de la misma en estos casos. Es



te procedimiento se aplica desde hace bastantes años, con éxito, en la fabricación de colas para el encolaje de papel principalmente y muy especialmente en las colas destinadas a la confección de sacos de papel kraft.

5. Los productos granulares así obtenidos, se disuelven fácilmente en 4 a 6 partes de su peso en agua fría, obteniéndose transcurridos unos 30 minutos de agitación una solución viscosa cuyas propiedades adherentes se han revelado óptimas para la confección de tubos y
10. para el cerrado de fondos, en la fabricación de sacos de papel kraft.

- Dado que los almidones nativos poseen características reológicas plásticas e índices de viscosidad muy altos, en la práctica industrial suelen emplearse
15. almidones oxidados, almidones degradados u otros medios con el fin de que la solución del producto en 5 ó 6 partes de agua no sea tan viscosa y pueda ser conducida con facilidad a través de todo el circuito de la máquina confeccionadora de sacos. El producto resultante después
20. de la precocción de estos almidones degradados u otros derivados, suele disolverse en unas 5 ó 6 partes de agua y según la propia experiencia del inventor los flúidos que se obtienen después de 30 minutos de agitación poseen características reológicas por las que pueden ser
25. clasificados como flúidos pseudoplásticos e incluso en algunos casos como flúidos newtonianos. Los flúidos pseudoplásticos se caracterizan porque la relación entre cizallamiento o presión de cizallamiento y velocidad de deformación no es una función lineal sino que es una función
30. ción más complicada.



En las páginas siguientes se entenderá como cola al flúido resultante de disolver en 4 6 6 partes de agua por parte de peso, los almidones degradados o modificados y posteriormente precocidos que son objeto

5. de práctica industrial corriente y a los que nos hemos referido en la página precedente.

En el proceso usual de fabricación y confección de sacos de papel kraft estas colas son preparadas en grandes tanques y conducidas por medio de bombas y

10. tuberías hasta los pequeños depósitos que posee cada máquina y que se encuentran próximas al punto en que deben ser aplicadas; el producto sobrante se devuelve de nuevo al depósito madre, reciclándose continuamente. En éstos pequeños depósitos próximos al punto de aplicación,

15. suelen girar rodillos que quedan bañados por la cola, de tal manera que a través de un juego de estos rodillos se unta un rodillo final estriado o liso que está en contacto directo con el papel que debe ser encolado. Estos rodillos finales llamados rodillos aplicadores,

20. giran aproximadamente a la misma velocidad lineal que el papel y en algunos casos puede llegar a 120 metros por minuto. Esta velocidad lineal representa que en algunos casos estos rodillos aplicadores están girando con una delgada película de cola depositada sobre ellos

25. desde 150 hasta 200 r.p.m.

El grosor de esta película de cola puede evaluarse entre 2 y 5 milímetros y está sometida durante breves momentos a intensas fuerzas de aceleración centrífuga. Se puede deducir que según la ecuación reológica

30. que posea la cola, ésta película va a ser parcialmen



- te arrancada del rodillo y proyectada en forma de gotas al espacio que rodea este punto de aplicación; este hecho se conoce en la práctica industrial de la fabricación de sacos de papel como fenómeno del goteo y produce cuantiosas pérdidas no sólo en encolante, que resulta proyectado al aire y que por tanto cae al suelo y sobre otras partes de la máquina ensuciándola y perdiéndose, sino sobre la calidad del mismo producto fabricado, ya que si la gota se proyecta sobre otra parte del papel,
5. que la que está prevista lo que es muy usual, el saco queda encolado por un sitio que no debiera. En el proceso que se conoce como cerrado de los fondos, que es el proceso final de fabricación del saco, este inconveniente es aún más perjudicial puesto que la gota puede depositarse sobre las caras externas del saco, que ya está semiconfeccionado. A la salida de las máquinas estos sacos confeccionados vienen solapados unos con otros, de modo que si una gota de cola ha caído sobre un saco, éste viene solapado con otro. El proceso normal de fabricación incluye la extracción del saco de la máquina o mejor de un pliego de 50 ó 60 sacos solapados y la palletización del mismo; por lo que la gota de cola que había caído sobre un saco ha quedado repartida entre este saco y el siguiente de modo que una vez transcurrido el
 10. proceso de secado de ambos sacos han quedado unidos indisolublemente y para separarlos deben ser rotos. En la práctica corriente este inconveniente se soluciona mediante una operación manual consistente en que a la salida de la máquina los operarios separen saco por saco y
 15. sequen o separen los sacos que vienen manchados de cola
 - 20.
 - 25.
 - 30.



con el fin de que después no queden soldados entre sí.

El objeto de esta invención es, un procedimiento de fabricación de adhesivos precocidos de almidón cuya solución resultante posee propiedades reológicas di-

5. ferentes de las newtonianas o pseudoplásticas que caracterizan las colas fabricadas hasta el momento. Este proceso de fabricación se caracteriza principalmente por los siguientes puntos:

(1). La utilización de almidón nativo y no de
10. derivados previamente oxidados o degradados. Es especialmente significativo el empleo de una mezcla de almidones y no de un almidón único como venía utilizándose hasta ahora; esta mezcla está formada principalmente por almidones nativos de patata y de manioc (arrowroot).

15. (2). El empleo de una cantidad de agua muy baja de modo que no supere, como máximo, el 80% del almidón de partida.

(3). El empleo de un agente químico capaz de reaccionar con el almidón en un medio fuertemente alcali
20. no y muy concentrado. Este agente puede conferir al almidón propiedades no ionógenas o propiedades aniónicas; y su objeto es el de introducir una derivación lateral en la cadena macromolecular del almidón con el fin de destruir la posibilidad de puentes de hidrógeno y así no
25. sólo incrementar su solubilidad y su facilidad de solución sino incrementar su estabilidad; de modo que la ecuación reológica del producto resultante pueda conservarse durante 6 ó 7 días.

(4). El empleo de una cantidad de alcalí, usual
30. mente sosa cáustica, determinada con el fin de que la



degradación subsiguiente a la reacción del almidón con el derivado químico que antes hemos citado no sea hecha en estado completamente gelificado sino que su estado sea de semigel y puede caracterizarse mediante un reograma, o mejor por tratarse de un sólido viscoelástico de una medición al dinamómetro.

(5). El empleo de peróxido de hidrógeno, como agente inductor de la degradación alcalina del almidón.

(6). El empleo de unas condiciones de reacción isoterma.

(7). El empleo de dispersantes poliméricos de tipo aniónico que queden después incorporados al grano de almidón precocido. Así como del empleo de bactericidas y fungicidas destinados a preservar la estabilidad fúngica y microbial del producto final.

(8). Finalmente la neutralización de la masa resultante con un ácido mineral volátil, y la cocción en cilindros rotatorios secadores a muy baja presión de vapor entre 3 y 3,5 atmósferas.

La descripción del proceso puede comprenderse mejor a través de los siguientes ejemplos:

Ejemplo nº 1

En un reactor cerrado capaz de ser calefactado y mantenido isotermicamente a 60° C y provisto de un potente agitador a palas, se cargan 800 mililitros de agua, 600 gramos de fécula de manioc, 400 gramos de fécula de patata. Una vez dispersados y mantenidos a 60° C se añaden 35 gramos de hidróxido sódico y 2-4 mililitros de peróxido de hidrógeno de 200 volúmenes. La masa se deja homogeneizar y degradar durante 15 minutos en



las condiciones antes citadas, en cuyo momento se inyectan a la masa 58 gramos de óxido de propileno. Transcurridos 30 minutos de reacción se añaden a la masa los fungicidas y dispersantes que se crea convenientes y se neutraliza con ácido clorhídrico diluido hasta PH 7. La masa se somete a precocción en el cilindro rotatorio a 3,5 atmósferas.

Ejemplo nº 2.

En las mismas condiciones físicas que en el ejemplo anterior y con el mismo aparellaje se cargan 800 mililitros de agua, 600 gramos de fécula de manioc, 400 gramos de fécula de patata, 25 gramos de hidróxido sódico, y 36 gramos de ácido acrílico, dejándolo reaccionar durante 30 minutos. Transcurrido este tiempo se añaden 8 mililitros de peróxido de hidrógeno de 200 volúmenes y transcurridos 30 minutos más los dispersantes fungicidas necesarios así como el ácido clorhídrico diluido para llevar la masa a PH 7. La masa es precocida en las mismas condiciones que en el ejemplo nº 1.

20. Ejemplo nº 3.

Siempre en las mismas condiciones físicas y con el mismo aparellaje que en los casos anteriores se cargan 700 mililitros de agua, 400 gramos de fécula de patata, 400 gramos de fécula de maiz y 200 gramos de fécula de manioc, una vez dispersada esta masa se añaden 40 gramos de hidróxido sódico y 4 mililitros de peróxido de hidrógeno de 200 volúmenes. Transcurridos 15 minutos de degradación se inyectan 116 gramos de óxido de propileno y transcurridos 45 minutos de reacción los dispersantes fungicidas, y el ácido clorhídrico necesario



300

hasta PH 7.

Desde el punto de vista químico, la masa resultante precocida en el ejemplo número 1 es un hidroxipropil almidón con grado de sustitución 0,18. El ejemplo 5. número 2 es un carboxietil almidón con grado de sustitución 0,08 y el ejemplo número 3 es un hidroxipropil almidón con grado de sustitución 0,34.

Los tres productos se disuelven en 6 veces su peso en agua mediante agitación durante 30 minutos. Transcurrida una hora se efectúa un reograma experimental y a partir de ahí se deducen las correspondientes ecuaciones reológicas. El ejemplo número 1 puede caracterizarse reológicamente como un plástico de BINGHAM y su ecuación reológica resulta ser:

15.
$$D = \frac{1}{8,3} (\tau - 3,12)$$

El valor 3,12 en dinas por cm.² es el punto de fluencia y el valor 8,30 en poises es el coeficiente llamado viscosidad de BINGHAM.

El ejemplo número 2 se puede caracterizar, así mismo, como un plástico de BINGHAM siendo la ecuación correspondiente:

20.
$$D = \frac{1}{9,75} (\tau - 66,64)$$

El valor 66,64 en dinas por cm.² es el punto de fluencia y el valor 9,75 en poises es el de viscosidad plástica de BINGHAM.

Finalmente el ejemplo número 3 puede caracterizarse reológicamente como un plástico de CASSON y en esta ecuación el valor 213,8 representa en dinas por cm.² el punto de fluencia y el valor 10,63 representan



en poises la llamada viscosidad de CASSON.

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{213,8} + \sqrt{10,63} \sqrt{D}$$

- Los tres productos se han sometido a experimen
5. tación industrial durante un tiempo variable. El produc-
to resultante del ejemplo número 1 no ha tenido dificul-
tades particulares en cuanto al bombeo, a la transferen-
cia y a la aplicación. Se ha evaluado el índice de go-
teo como un valor aproximadamente inferior en un 10% al
 10. valor usual hasta estos momentos. El producto número 3
correspondiente al ejemplo del mismo número, ha tenido
graves dificultades de aplicación. Efectivamente, el al-
to punto de fluencia del producto ha hecho que los rodi-
llos portadores del mismo que lo llevan hasta el rodillo
 15. aplicador únicamente captasen una pequeña cantidad de
producto y por lo tanto que el grosor de la película fi-
nal fuese tan bajo, que en algunos puntos la película
que depositaba no era continua. A parte de esto las di-
ficultades de bombeo han sido muy grandes sobre todo
 20. después de tener la instalación parada durante 24 ó 48
horas puesto que el alto punto de fluencia producía el
descebado de las bombas.

- El producto del ejemplo número 2 parece que
ha dado los mejores resultados aunque ha sido preciso
25. aumentar ligeramente el número de revoluciones de las
bombas con el fin de que la transferencia de masa fuese
la óptima en todas las condiciones; incluso después de
paros prolongados. Los rodillos de transferencia y el
rodillo aplicador se han comportado correctamente y el
 30. grosor de la película final era correcto así como su



190

continuidad. En cuanto al fenómeno del goteo se ha observado una profunda disminución en el índice de goteo. Una estimación superficial daba un índice de goteo aproximadamente un 80% menor que en los productos tradicionales

5. que se vienen empleando. Dado este buen resultado se ha proseguido la experiencia durante 6 meses aproximadamente obteniéndose sin lugar a dudas un 75% de disminución en el llamado índice de goteo. Efectivamente, la ecuación reológica correspondiente al plástico de BINGHAM

10. po see una característica diferente e importante que es el valor del punto de fluencia; parece ser que el valor en contrado de este punto de fluencia no es demasiado alto para que haya dificultades de aplicación pero si es suficientemente alto para absorber una parte de las tensiones a que está sometida la película en el momento de

15. la aplicación. Efectivamente, el valor 66,64 dinas por cm.^2 debe ser restado del valor de la τ en que incide sobre la película y por tanto el gradiente de deformación resulta menor que en otro plástico de BINGHAM con fluencia menor o en pseudoplásticos o líquidos newtonianos

20. que carecen de punto de fluencia y en los que por tanto toda la masa de la película esta sujeta íntegramente a toda la presión de cizalladura que transmite el cilindro.

Todo cuanto no afecte, altere, cambie o modifique la esencia del procedimiento descrito, será variable a los efectos de la actual Patente.

25.

N O T A.

Se reivindica como objeto de esta Patente de Invención:

30. 1.- Procedimiento para producir derivados de



almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, cuya principal aplicación es su disolución acuosa para la confección y el encolado de sacos de papel "kraft", caracterizado por el empleo de una mezcla de almidones nativos diferentes.

2.- Procedimiento para producir derivados de almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo para la producción de estos derivados, de una mínima parte posible de agua sobre la masa total, cantidad que no excederá del 80%.

3.- Procedimiento para producir derivados de almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, según las reivindicaciones anteriores caracterizado por el empleo para los mismos fines, de una solución de hidróxido sódico controlada en su cuantía; de modo que la masa en el proceso de fabricación conserve sus propiedades viscolásticas.

4.- Procedimiento para producir derivados de almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el empleo de un agente químico capaz de reaccionar con las cadenas de la macromolécula almidón, de modo que produzcan derivados del mismo con carácter aniónico o no ionógeno.

30.

5.- Procedimiento para producir derivados de



almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el empleo de peróxido de hidrógeno como agente catalizante de la reacción de hidrólisis del almidón o sea, en definitiva, la disminución de su peso molecular.

6.- Procedimiento para producir derivados de almidón en polvo o grano, solubles en agua fría, y cuyas soluciones poseen propiedades reológicas plásticas, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el empleo de cualesquiera de estos métodos conjunta o separadamente con el fin de producir colas en polvo destinadas a ser disueltas por la industria confeccionadora de sacos y bolsas de papel y cuyas soluciones posean características reológicas que puedan ser descritas como plásticos de BINGHAM o plásticos de CASSON o cualquier otra ecuación reológica que presente como característica fundamental la existencia de un punto de fluencia.

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren en la esencialidad de la Patente de Invención, definida en las anteriores reivindicaciones, cuyo objeto es:

7.- "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR DERIVADOS DE ALMIDON EN POLVO O GRANO, SOLUBLES EN AGUA FRIA, Y CUYAS SOLUCIONES POSEEN PROPIEDADES REOLÓGICAS PLÁSTICAS".

Consta la presente memoria de trece hojas fo-

419462



liadas, mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, 3 OCT. 1973

P.A. de D. Antonio SABATER de Sabatés,

ALFONSO DURÁN

p. p.

Fdo. Luis Durán Banejam

JR/mc.