

19	ES	447447	10	A3
21				
22	FECHA DE PRESENTACION			



PATENTE DE INTRODUCCION

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL
			D21F

54	TITULO DE LA INVENCIÓN
PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PAPEL DE MEJORADA RESISTENCIA EN SECO.	
65	PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION

71	SOLICITANTE (S)
AMERICAN CYANAMID COMPANY	
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Berdan Avenue, Township of Wayne, Estado de New Jersey, EE.UU. de A.	
72	INVENTOR (ES)
73	TITULAR (ES)
74	REPRESENTANTE

La presente invención se relaciona con un procedimiento para producir papel de mejorada resistencia en seco resultante de un contenido distribuido casi uniformemente de polímeros, fortalecedores de papel de vinilamida hidrófila-hidrófugo insoluble en agua.

La producción de papel de mejorada resistencia en seco a partir de pulpas compuestas de fibras no blanqueadas, especialmente cuando la pulpa contiene licor negro, ha presentado un problema especial en el arte de la fabricación de papel. La mayoría de los polímeros resistentes en seco (tanto aniónicos como catiónicos) de capacidades fortalecedoras en seco generalmente excelentes han provisto una cantidad comercialmente inadecuada de resistencia en seco cuando se utilizan con estas pulpas. Cualquiera sea la razón de estos fracasos, aún no se ha hallado comercialmente practicable emplear polímeros sintéticos como agentes fortalecedores en seco en la fabricación de papel a partir de fibras no blanqueadas en medios acuosos que contienen licor negro.

La presente invención provee ciertos latex de polímero de vinilamida que poseen valiosas propiedades de resistencia en seco que los hace útiles como agentes fortalecedores de propósitos generales en la fabricación de papel. Estos latex imparten una cantidad sustancial de resistencia en seco cuando se agregan a pulpas compuestas de fibras no blanqueadas, y aún cuando las pulpas tienen un contenido de licor negro en cantidad normal. El licor negro resulta de la cocción de madera de pulpa en una solución alcalina en el proceso de la soda o del sulfato en la producción de papel y es una fuente de lignina. Dependiendo de los procedimientos utilizados en el proceso que involucra la cocción de madera de

pulpa, la cantidad de licor negro restante en la pulpa puede variar y la cantidad en la pulpa está asociada con el procedimiento de cocción.

5 De acuerdo con la presente invención se provee papel formado de fibras de celulosa formadoras de papel caracterizado por un contenido absorbido de 0,01 a 5 % en peso, en base al peso en seco de dichas fibras, de un copolímero insoluble en agua, autodispersable en agua que contiene en 60-93% en peso de ligaduras de acrilamida, 5-35 % en peso de ligaduras
10 vinílicas hidrófugas, 2-23 % en peso de ligaduras de N- $\left[\text{dialquilaminometil} \right]$ acrilamida, en donde los grupos alquílicos individualmente contienen 1-3 átomos de carbono; y 0-10 % en peso de ligaduras vinílicas aniónicas, siendo dicho copolímero caracterizado adicionalmente por una viscosidad en
15 dispersión de agua a 10 % en peso de sólidos de polímero, pH 9,5, y 25°C de 250-200.000 centipoisés.

De acuerdo con la presente invención, se provee un procedimiento para la fabricación de papel de mejorada resistencia en seco que comprende formar una suspensión acuosa de
20 fibras de celulosa formadoras de papel que tiene un pH entre 4 y 8, formar dichas fibras en un tejido, y secar dicho tejido, caracterizado por agregar a dicha suspensión de 0,01 a 5% en peso, en base al peso en seco de las fibras, de un copolímero insoluble en agua, autodispersable en agua, que consiste
25 en 60-93 % en peso de ligaduras de acrilamida, 5-35 % en peso de ligaduras vinílicas hidrófugas, 2-23 % en peso de ligaduras de N- $\left[\text{dialquilaminometil} \right]$ acrilamida, y 0-10 % en peso de ligaduras vinílicas aniónicas, siendo dicho copolímero caracterizado adicionalmente por una viscosidad en dispersión
30 en agua a 10 % en peso de sólidos de polímero, pH 9,5, y 25°C

de 250-200.000 centipoises.

En los latex de la presente invención, las partículas de polímero son tan pequeñas que no se depositan o forman una crema cuando los latex se dejan reposar a temperatura ambiente por lo menos durante varios días.

Los latex de la presente invención, en realizaciones preferidas, poseen las siguientes propiedades beneficiosas:

1. Imparten una resistencia en seco muy satisfactoria cuando se agregan a pulpas formadoras de papel de fibras no blanqueadas (incluyendo fibras de pulpa mecánica), en presencia o ausencia de licor negro. La mayoría de los polímeros de resistencia en seco previamente conocidos no imparten más que una baja resistencia en seco cuando se agregan a estas pulpas.

2. Los latex son eficaces en sistemas formadores de papel que actúan en la gama de pH normal de 4 a 8. El fabricante de papel no necesita ejercer un estrecho control de pH.

3. Los latex son eficaces en pulpas que contienen 500 a 1.000 partes de iones de sulfato disueltos por un millón de parte en peso de la pulpa. La presente invención por lo tanto puede utilizarse en molinos papeleros que emplean un sistema de agua blanca mayormente cerrado.

4. Los latex no son dañados y generalmente se benefician por la presencia de cantidades acostumbradas de alumbre disuelto en la suspensión fibrosa formadora de papel. Los latex pueden ventajosamente agregarse a suspensiones formadoras de papel de fibras de colofonia u otra cola de jabón mediante la acción de alumbre.

5. Los polímeros en los latex actúan como agentes

fortalecedores para cola de colofonia y para los sólidos de encolado en jabones de licor negro (normalmente presentes en pulpas no blanqueadas). El polímero permite así que la cantidad de cola de colofonia necesaria para lograr un nivel predeterminado de encolado sea reducida, y provoca un aumento en la cantidad de encolado impartida por jabones de licor negro.

6. El latex es fácilmente preparado sin la necesidad de equipo especial de materias primas poco costosas y comúnmente obtenibles.

La superioridad especial de los latex en la presente invención como agentes fortalecedores en seco en la fabricación de papel a partir de pulpas de fibras no blanqueadas es un resultado del peso molecular bajo a moderado del polímero y la acción conjunta del di(C₁₋₃alquil)aminometil y los sustituyentes hidrófugos cuando están presentes juntamente en el polímero en las proporciones indicadas más arriba.

En los polímeros de los latex de la presente invención, las ligaduras de amida no sustituidas proveen resistencia en seco una vez que los polímeros han sido depositados en las fibras, y estas ligaduras por lo tanto están generalmente presentes en una proporción lo más elevada posible. Las ligaduras vinílicas hidrófugas y las ligaduras de N-(dialquilaminometil)acrilamida cooperan para depositar el polímero en las fibras a través de una gama amplia de pH y composición de fibra. Las ligaduras aniónicas hidrófilas, cuando están presentes, permiten que los polímeros proveen una mejorada resistencia en seco cuando se aplican a pulpas que contienen alumbre.

Los latex de la presente invención pueden preparar-

5 se a partir de latex acuosos de polímeros insolubles en agua que comprenden por lo menos 61,4 % en peso de ligaduras de vinilamida no sustituida y por lo menos 5 % en peso de ligaduras vinílicas hidrófugas, siendo la cantidad de ligaduras vinílicas hidrófugas en los polímeros, si es necesario, en exceso de esta cantidad de manera de que el polímero sea insoluble en agua pero sea autodispersable o sustancialmente autodispersable en agua a temperatura ambiente o elevada hasta un estado finamente dividido no formador de crema (es decir, latex).

10 Latex de partida apropiados pueden prepararse copolimerizando acrilamida con estireno, cloroestireno, clorometilestireno, acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de propilo e isobutileno en aproximadamente una relación en peso de 90:10 en cada caso. Latex de partida apropiados también pueden prepararse copolimerizando acrilamida con acrilonitrilo en aproximadamente una relación en peso de 65:35. Si se desea, los latex de partida apropiado pueden prepararse copolimerizando acrilamida con mezclas de los monómeros hidrófugos precedentes.

20 Si se desea, el polímero en el latex de partida puede contener una pequeña proporción (hasta 10 % en peso) de ligaduras aniónicas hidrófilas. Estas pueden ser provistas reemplazando una parte de la vinilamida insustituida en la mezcla inicial de monómeros con una cantidad correspondiente de un ácido vinílico copolimerizable soluble en agua. Por lo tanto, una parte del acrilamida de partida puede reemplazarse por ácido acrílico, ácido maléico o ácido metacrílico. Si se prefiere, pueden introducirse sustituyentes aniónicos en el polímero mismo hidrolizando una porción de las

25

30

ligaduras de acrilamida, resultando en un polímero que contiene ligaduras de ácido acrílico, preferiblemente en la gama de 2 a 8 %. Esto puede realizarse calentando una solución del polímero a \approx pH de 10-12 a 50°C hasta que se forma la proporción deseada de sustituyentes aniónicos. Los polímeros pueden prepararse mediante un método de polimerización en emulsión común utilizando agua desoxigenada, un agente emulsionante, y un persulfato de amonio como catalizador.

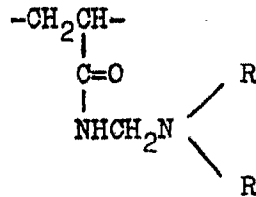
Los latex de partida para la preparación de los latex de la presente invención tienen viscosidades tales que luego de que el contenido de polímero de los mismos ha reaccionado con formaldehído y una dialquilamina soluble en agua como se describe más abajo, el latex resultante a un contenido de 10 % de polímero tiene una viscosidad entre 250 y 200.000. Latex de partida que tienen una viscosidad muy elevada, cuando reaccionan con formaldehído y una dialquilamina soluble en agua, proporciona el latex que actúan principalmente como floculantes para las fibras y que poseen propiedades fortalecedoras en seco inferiores. Latex que tienen una viscosidad muy baja poseen propiedades fortalecedoras en seco inferiores. Por lo tanto se prefieren latex de partida en la gama de viscosidad moderadamente baja (500 a 50.000 centipoises).

Los latex de la presente invención pueden prepararse mezclando formaldehído y una di(C₁₋₃alquil)-amina en un latex o suspensión de polímero acuosa como se describió anteriormente, y permitiendo que la mezcla repose a un pH alcalino (por ejemplo, pH 10-12) y aproximadamente 10°C-40°C hasta que las partículas se vuelven suficientemente catiónicas para ser absorbidas por fibras celulósicas en suspensión acuosa a

un pH ácido (por ejemplo pH 4).

El formaldehído y la amina interaccionan para trans-
formar ciertas ligaduras de amida en ligaduras de N-[di(C₁₋₃-
-alquil)-aminometil]acrilamida que tiene la estructura:

5



10

en donde las R representan los mismos o diferentes grupos de
alquilo de C₁₋₃. Condiciones apropiadas para la performance
de esta reacción (conocida como la reacción de Mannich) se
dan a conocer en las patentes de los Estados Unidos N^o
2.328.901 y 3.323.979.

15

Las cantidades de formaldehído y dialquilamina son
en cada caso por lo menos 0,02 mol por mol de ligaduras de
vinilamida en el polímero. Esta es aproximadamente la pro-
porción mínima de cada reactivo que es necesaria para produ-
cir un polímero que es significativamente mejorado. Cantida-
des mayores de cada reactivo pueden emplearse hasta 0,3 mol
de cada uno, que se considera como máximo práctico.

20

Si se desea, la amina puede agregarse en exceso es-
tequiométrico por encima de formaldehído. El exceso permane-
ce en el látex final y actúa como un estabilizante, retardan-
do el régimen al cual el látex avanza hacia gelificación. El
exceso óptimo para el propósito no ha sido verificado, pero
un exceso suficiente está presente cuando el número de moles
de la amina está entre 1,25 y 2 veces el número de moles de
formaldehído que se agregan. Este exceso provee un efecto
estabilizante sustancial y por lo tanto es preferido.

25

30

Si se prefiere, los polímeros de la presente invención pueden prepararse copolimerizando acrilamida con un compuesto vinílico hidrófugo y una N-[di-(C₁₋₃alquil)-aminometil]acrilamida en proporciones apropiadas, con ácido acrílico u otro ácido vinílico presente si se desea. La copolimerización se realiza mediante el método de emulsión descrito más abajo.

El látex se prepara a una viscosidad bombeable a 5-20 % de sólidos de polímero en peso y parece ser mejor almacenada aproximadamente pH 10. Antes de su uso el latex se diluye con agua hasta 0,1-5 % de contenido de sólidos de polímero para facilitar la dosificación y distribución uniforme del polímero a través de la suspensión fibrosa a la cual se agrega.

El papel de resistencia mejorada se fabrica de acuerdo con la presente invención formando una suspensión acuosa de fibras celulósicas formadoras de papel que tienen un pH en la gama normal de formación de papel de 4 a 8, agregando a la misma suficiente cantidad de un latex como se describió anteriormente para proveer un efecto fortalecedor, formando la fibra en forma de una tela, y secando la tela.

Las fibras pueden ser cualquiera de las fibras comúnmente utilizadas para la fabricación de papel y pueden estar blanqueadas o no blanqueadas. La fase acuosa de la suspensión fibrosa puede contener licor negro y alumbre. La suspensión puede tener un contenido de iones de sulfato disueltos tan elevada como 500 a 1.000 partes por millón de partes en peso de la suspensión. Además, las fibras antes de la adición del latex pueden encolarse con colofonia u otra cola de jabón, depositada por alumbre.

En la fabricación de papel a partir de pulpa de fibras no blanqueadas que contiene licor negro y alumbre, se obtiene generalmente una mejor resistencia en seco por unidad de peso de polímero agregado cuando el polímero contiene una proporción sustancial (por ejemplo, 2 a 8 %) de ligaduras de ácido acrílico u otras aniónicas hidrófilas. Cuando estas ligaduras están presentes en el polímero, el alumbre actúa como un agente fortificante, aumentando las propiedades de resistencia en seco del polímero, particularmente cuando el pH del sistema formador de papel es ácido.

En la fabricación de papel encolado mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención en donde las fibras son encoladas con colofonia u otra cola de jabón antes de la adición del latex polímero, el polímero actúa como un agente fortificante para la cola, aumentando sustancialmente la resistencia impartida por la cola contra la penetración de las fibras por fluidos acuosos. Por lo tanto, cuando el latex polímero de la presente invención se agrega a una suspensión fibrosa formadora de papel, la cantidad de cola de colofonia necesaria para satisfacer una especificación de encolado determinada puede disminuirse o si la cantidad de cola de colofonia agregada se mantiene constante, se obtiene papel de mejoradas propiedades de encolado.

El procedimiento de la presente invención también es útilmente aplicado a la fabricación de papel de calidad para periódicos a partir de pulpas predominantemente compuestas de fibras de madera molida, dando una pequeña proporción de fibras más largas generalmente presente según sea necesario para mejorar la resistencia para satisfacer los requerimientos de prensas de elevada velocidad. Los sistemas de agua

5 blanca utilizados para la fabricación de estos papeles generalmente contiene alumbre, y tienen un pH de 4 a 5. Por lo tanto, se obtiene generalmente una mejor resistencia en seco por unidad de peso de latex polímero agregado cuando el polímero contiene tanto ligaduras catiónicas como aniónicas.

10 El polímero de la presente invención también es útilmente aplicado en la fabricación de papel a partir de fibras celulósicas blanqueadas. Se obtiene generalmente mejor fortalecimiento cuando la suspensión fibrosa contiene alumbre y el polímero contiene 2 a 8 % de ligaduras de ácido acrílico.

15 El latex de la presente invención se agrega mejor a la pulpa formadora de papel en un punto lo más cerca al alumbre de Fourdrinier que sea práctico. El latex, por lo tanto, puede agregarse en un punto como ser la caja superior o la bomba de ventilador.

20 La cantidad de latex que se agrega a la pulpa formadora de papel es aquella que es suficiente para impartir la mejora de resistencia deseada al papel terminado. En general, una cantidad suficiente es aquella que suministra una cantidad efectiva para el propósito en la gama de 0,01 % a 5 %, en base al peso en seco de la fibra.

25 Los polímeros de la presente invención producen sus efectos fortalecedores cuando el papel se seca en aire, pero este efecto fortalecedor no es significativamente dañado cuando el papel se seca a temperaturas elevadas. Por lo tanto, el papel puede secarse en rodillos secadores calentados por vapor que tienen temperaturas superficiales en la gama de 88°C - 121°C como es habitual.

30 En la descripción y reivindicaciones la expresión "latex" se refiere a una dispersión acuosa del polímero. La

expresión "no formador de crema" se refiere a un latex de partículas que no se eleva o se deposita apreciablemente al reposar en el estado de dispersión acuosa. La expresión "hidrófilo-hidrófugo" significa que los polímeros contienen ligaduras hidrófilas e hidrófugas.

La presente invención se describe más particularmente mediante los ejemplos que siguen. A menos que se indique lo contrario, los porcentajes representan pesos en base al peso en seco de las fibras.

Ejemplo 1

Lo siguiente ilustra la preparación de un latex de la presente invención a partir de un latex de partida en donde la fase dispersada es un polímero vinílico sustancialmente no iónico hidrófilo-hidrófugo compuesto de ligaduras de acrilamida y estireno en una relación molar de 89:11 y que contiene sustancialmente ningún sustituyente aniónico. El latex contiene 10 % de polímero en peso y a un pH de 4,5 y 25°C tiene una viscosidad de 2.200 centipoises.

A 1.000 g de este latex se agregan con agitación 4,05 g de formaldehído acuoso al 44 % y 13,4 g de dimetilamina acuosa al 40 % (un exceso molar de 100 %). La mezcla se deja reposar 3 horas a 25°C, en cuyo momento las partículas de polímero dispersado se vuelven catiónicas y ha reaccionado sustancialmente todo el formaldehído.

El latex se regula a un pH de 9,5 y 10 % de sólidos. Tiene una viscosidad de 2.090 centipoises. Cuando se diluye con agua hasta 0,5 % de sólidos se regula un pH de 11 a 25°C tiene una viscosidad de 4,7 centipoises en un viscosímetro Ostwald. El polímero contiene aproximadamente 5 mol por ciento de ligaduras catiónicas y una proporción más pequeña (apro

ximadamente 1 mol por ciento) de ligaduras de ácido acrílico (formadas por hidrólisis de sustituyentes de amida durante la reacción de formaldehído-dimetilamina).

5 El producto según se observa en una botella es un latex opaco blanco. No forma una crema ni se separa al reposar durante un mes a 23 °C luego de un mes posee 100 % de sus propiedades fortalecedoras en seco iniciales.

10 El latex de partida se prepara agitando una mezcla de 84,6 g de acrilamida, 0,50 g de persulfato de amonio, 15,4 g de estireno, y 1 g de dicitclohexil sulfosuccinato de sodio como emulsionante bajo una manta de nitrógeno en 665 cc de agua desoxigenada y 75 °C durante 16 horas.

Ejemplo 2

15 Lo siguiente ilustra la preparación de un latex de acuerdo con la presente invención en donde la di(C₁₋₃amina) es dipropilamina.

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 excepto que se reemplaza dimetilamina por 12,6 g de dipropilamina. Se obtiene un polímero similar.

20 Ejemplo 3

Lo siguiente ilustra la preparación de un latex de acuerdo con la presente invención en donde la ligadura hidrófuga es una ligadura de acrilato de alquilo.

25 Se repite el procedimiento del ejemplo 1 excepto que el polímero en el latex de partida está compuesto de ligaduras de acrilamida y metacrilato de metilo en una relación molar de 90:10. Se obtiene un latex similar.

Ejemplo 4

30 Lo siguiente ilustra la preparación de un latex de acuerdo con la presente invención a partir de un polímero en

donde la ligadura hidrófuga principal es una cadena alquílica corta.

5 El latex de partida está compuesto de ligaduras de acrilamida, acrilonitrilo o isobutileno en una relación molar de 75:4:21 y se hace reaccionar con formaldehído y dimetilamina mediante el método del ejemplo 1. Se obtiene un latex similar.

10 El latex de partida se prepara introduciendo 24 g de acrilonitrilo, 0,77 g de persulfato de amonio, 0,43 g de metabisulfito de sodio, 4 g de dihexil sulfosuccinato de sodio y 300 cc de agua, en un autoclave mecedora de laboratorio, regulando el pH de la mezcla a 3, purgando la mezcla de oxígeno, enfriando la autoclave y los contenidos a -10°C , agregando 56 g de isobutileno líquido, sellando la autoclave, 15 y meciendo la autoclave durante 24 horas a temperatura ambiente. El polímero se recupera por precipitación con acetona. Una mezcla de 10 g del polímero, 3 cc de agua, 70 g de H_2SO_4 concentrado y 100 g de ácido acético glacial se agita durante 100 minutos a 65°C . El polímero resultante se recupera 20 por precipitación con acetona y está compuesto de ligaduras de acrilamida, acrilonitrilo e isobutileno en una relación molar de 75:4:21.

Ejemplo 5

25 Lo siguiente ilustra la fabricación de papel de mejorada resistencia en seco mediante un procedimiento de la presente invención.

30 Se prepara una suspensión hasta una consistencia de 0,6 % a partir de fibras kraft no blanqueadas batidas hasta una velocidad de escurrimiento común canadiense de 624 cc y a esto se agrega 3 % (sólidos en base al peso en seco de

las fibras) de licor negro. El pH de la suspensión se regula a 6,3 con ácido sulfúrico, y luego se agrega 1 % de alumbre (en base al peso en seco de las fibras). Se toman tres alicuotas. A dos se agregan respectivamente suficiente del latex del ejemplo 1 para proveer las cantidades de polímero que se dan en la tabla más abajo. La tercer alicueta se reserva como control. Todas las tres alicuotas se regulan a un pH de 5,5 que forman con las mismas hojas de mano a 22,4 kgs en base al peso (63,5 cm X 101,6 cm/500 resmas) mediante un procedimiento de laboratorio común, Las telas húmedas se secan durante 1 minuto en un secador de tambor de laboratorio que tienen una temperatura de tambor de 115°C. Las hojas se acondicionan para almacenamiento durante 24 horas a 22,8°C, y una humedad relativa de 50 % y se determina sus resistencias en seco. Los resultados son los siguientes:

Prueba Nº	% de Polímero Agregado ^a	Resistencia en seco	
		Ruptura ^b	Adhesión interna ^c
Control	Nada	2,85	3,73
1	0,2	3,31	4,98
2	0,5	3,70	9,28

^a En base al peso en seco de fibras,

^b kg/cm², por ensayo de Mullen,

^c kilográmetro/cm².

Los resultados demuestran que el polímero produjo un aumento mayor en la resistencia a la ruptura y una resistencia a la adhesión interna del papel.

Ejemplo 6

Lo siguiente ilustra el efecto del polímero de la

presente invención para impartir resistencia en seco y mejorado encolado en la fabricación de papel a partir de fibras encoladas con colofonia no blanqueadas.

La suspensión formadora de papel se prepara a partir de fibras no blanqueadas de acuerdo con el ejemplo 5, con excepto que no se agrega ningún licor negro y la cantidad de alumbre se aumenta a 1,5 %. Se toman alícuotas y a cada una se agrega cantidad suficiente de un latex de acuerdo con el ejemplo 1 y una cola de colofonia comercial para proveer polímero y cola de colofonia en la cantidad indicada en la tabla más abajo. Se preparan controles apropiados. Las suspensiones se tratan para formar papel y se determina la resistencia en seco del papel mediante el método del ejemplo 5. El encolado se determina por aplicación de tinta TAPPI 1082P. Los resultados son los siguientes:

Prueba Nº	% de Polímero Agregado ^a	% de Cola Agregado ^a	Resistencia en seco Ruptura ^b	Adhesión interna ^c	Enco- lado ^d
1	Nada	Nada	2,60	3,08	Inst.
2	0,5	Nada	4,11	7,13	Inst.
3	Nada	0,15	2,47	2,75	124
4	0,5	0,15	3,77	7,04	960
5	Nada	0,25	2,24	2,75	361
6	0,5	0,25	3,87	6,20	1539

^a En base al peso en seco de fibras,

^b kg/cm², por ensayo de Mullen,

^c kilográmetro/cm²

^d Tinta (segundos requeridos para que el charco de tinta pe-

5

10

15

20

25

30

netre la hoja).

Los resultados indican que el polímero actúa como un agente fortificante para cola de colofonia.

Ejemplo 7

5 Lo siguiente ilustra el efecto que el pH de la suspensión tiene sobre el efecto fortalecedor del polímero de la presente invención.

Se repitió el procedimiento del ejemplo 5 excepto que se omite la adición de licor negro y las alícuotas se extienden en forma de hoja a valores de pH de 4,6; 5,6; 6,6 y 10 8,6. Las pulpas se tratan para formar papel mediante el método del ejemplo 5. Las resistencias en seco de las hojas de mano resultante son las siguientes:

Prueba	% de Polímero		Resistencia en seco
Nº	pH	Agregado ^a	(Ruptura) ^b
1	4,6	Nada	2,49
2	4,6	0,2	3,44
3	4,6	0,5	3,84

4	5,6	Nada	2,21
5	5,6	0,2	3,70
6	5,6	0,5	3,81

7	6,6	Nada	2,78
8	6,6	0,2	3,44
9	6,6	0,5	3,80

10	8,6	Nada	2,73
11	8,6	0,2	2,98
12	8,6	0,5	3,35

^a En base al peso en seco de fibras,

^b kg/cm², por ensayo de Mullen.

Gráficos de estos y otros datos de laboratorio indican que el efecto del pH sobre la gama formadora de papel normal para kraft no blanqueado de 4 a 8 es menor.

Ejemplo 8

Lo siguiente ilustra la fabricación de papel encolado a partir de fibras blanqueadas que muestran el efecto del polímero para mejorar la resistencia en seco y promover el encolado.

Se preparó una suspensión acuosa a partir de 50:50 de madera dura:fibras kraft blanqueadas de madera blanda que tienen una velocidad de escurrimiento común canadiense de 500 cc. A parte de la suspensión se agrega 2 % de alumbre y a la otra parte se agrega 1,0 % de encolado de colofonia y 2 % de alumbre (sólidos en base al peso en seco de las fibras). Se toman alícuotas, y se agrega latex de acuerdo con el ejemplo 1 en cantidad para suministrar las cantidades de polímero indicadas en la tabla más abajo. El pH de la alícuota luego se regula a 5,3, y las suspensiones se dejan reposar durante varios minutos para alcanzar equilibrio, luego de lo cual se tratan para formar papel mediante el método del ejemplo 5 excepto que las hojas de mano se forman en base a un peso de 45,5 kg. El encolado se determina por el método de mecha lateral, para determinar la utilidad de la combinación de polímero-cola de colofonia, para uso en la fabricación de material para cartones de leche. Los resultados son los siguientes:

Prueba Nº	% de alumbre. Agregado	% de cola de colofonia. Agregado ^a	% de Polímero. Agregado ^a	Resistencia en seco (Ruptura) ^b	Enco-lado ^c
1	2,0	Nada	Nada	4,90	---
2	2,0	Nada	0,25	5,36	---
3	2,0	Nada	0,50	5,53	---
4	2,0	1,0	Nada	4,46	4,91
5	2,0	1,0	0,25	4,98	2,91
6	2,0	1,0	0,50	5,26	2,07

^a En base al peso en seco de fibras,
^b kg/cm², por ensayo de Mullen,
^c Ensayo de mecha lateral, utilizando 10 % de ácido láctico acuoso.

Los resultados indican que el polímero proveyó una mejora muy satisfactoria en la resistencia en seco y también mejoró el encolado impartido por la cola de colofonia.

Ejemplo 9

Lo siguiente ilustra el efecto del latex de la presente invención como agente fortalecedor en la fabricación de papel a partir de papel para periódicos típicos suministrando con y sin un agente fijador del polímero.

Se preparó una suspensión acuosa a una consistencia de 0,7 % a partir de una mezcla de 85:15 de madera quimiomolida y fibra kraft sureña blanqueada. La suspensión tenía una velocidad de ensurrimiento común canadiense de 650 ml. A una porción de la suspensión se agregó 1 % de alumbre en base al peso en seco de la pulpa, y a otra porción no se agregó ningún

5 alumbre. Ambas porciones se regularon a un pH de 4,5. Se tomaron alícuotas y a cada una se agregó suficiente cantidad de un latex de acuerdo con el ejemplo 1 para proveer polímero en la cantidad indicada en la tabla más abajo. Las suspensiones se trataron a un pH de 4,5 para formar hojas de mano en base a un peso de 45,5 kg y se determinó la resistencia en seco de las hojas de mano como se muestra en el ejemplo 5.

Los resultados son los siguientes:

10

Prueba Nº	% de Alumbre. Agregado ^a	% de Políme ro. Agregado ^a	Resistencia en seco	
			Ruptura ^b	Adhesión interna ^c
Control				
A	Nada	Nada	1,16	1,72
1	Nada	0,3	1,55	2,98
15 2	Nada	1,0	1,80	3,59

Control				
B	1	Nada	1,11	1,82
3	1	0,3	1,60	3,26
20 4	1	1,0	1,95	4,38

^a En base al peso en seco de las fibras,

^b kg/cm², por ensayo de Mullen,

^c kilográmetro/cm².

25 Los resultados indican que el polímero de la presente invención es un agente fortalecedor eficaz para pulpas que están sustancialmente compuestas de fibras de madera molida no blanqueadas y que el alumbre actúa como un agente fortificante para el polímero cuando se aplica en dichas pulpas.

30

Ejemplo 10

5 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 excepto que la cantidad de dimetilamina se disminuye en 50 %. El latex resultante posee similares propiedades fortalecedoras en seco pero llega a un punto de gelificación más rápidamente.

Ejemplo 11

Lo siguiente ilustra la eficacia de latex polímero de la presente invención como una función de sus viscosidades.

10 Se preparan tres latex polímeros de la misma composición con viscosidades superiores en aumento, cada uno se trata con formaldehído y dimetilamina de la misma manera para para convertir la misma proporción de sustituyentes de amida en sustituyentes de N-(dimetilaminometil)amida, luego de lo cual, se determinan las respectivas eficiencias de fortalecimiento en seco de los latex. Las viscosidades de los latex 15 A y B se determinan a un contenido de sólidos de polímero de 10 %, pH de 4,5 y 25°C en un viscosímetro Brookfield.

Latex A.- Este se prepara copolimerizando acrilamida con estireno en una relación molar de 89:1 mediante el método del ejemplo 1 excepto que no se emplea ningún emulsionante, la temperatura de polimerización se aumenta a 80°C y el tiempo de polimerización se acorta a 5½ horas. El latex resultante tiene la viscosidad de 880 centipoises.

25 A este latex se agrega 5 mol por ciento de formaldehído y 10 mol por ciento de dimetilamina (en base al número de sustituyentes de amida en el copolímero) y la mezcla se deja interaccionar de acuerdo con el ejemplo 1.

30 Latex B.- Se repite el procedimiento para la preparación del latex A (incluyendo la reacción de formaldehído-dimetilamina) excepto que la copolimerización se realiza a una

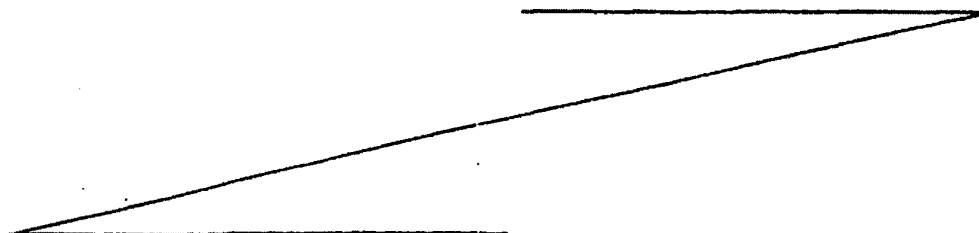
temperatura inferior. El latex resultante (antes de la reacción de formaldehído-dimetilamina) tiene una viscosidad de 13.100 centipoises.

5 Latex C.- Se repite el procedimiento para la preparación del latex A excepto que la cantidad de catalizador de persulfato de amonio se disminuye en 50 % y la temperatura de polimerización se disminuye a 63°C. El latex resultante (antes del latex de formaldehído-dimetilamina) a 10 % de sólidos es un gel no-bombeable. El latex se diluye con aumentos de agua y las viscosidades de estos a un pH de 4,5 y 10 25°C se determinan como siguen:

	<u>Contenido de sólidos, %</u>	<u>Viscosidad Centipoises</u>
	1,0	25
15	3,25	320
	5,3	4.200
	7,7	36.000

Un gráfico de estos datos, extendido, demuestra que 10 % de sólidos el latex tiene una viscosidad de 100.000 centipoises. 20

Las eficiencias fortalecedoras en seco de los latex resultantes A y B se determinan mediante el método del ejemplo 5. El ensayo del latex C se realiza de la misma manera excepto que no se agrega ningún licor negro a la pulpa de papel. Los resultados son los siguientes: 25



Latex Desig- nación	Viscosidad Cps. ¹	Prueba Nº	Cantidad de Latex agre- gado ²	Resistencia en seco (Rup- tura) ³
		Control	Nada	2,50
5 A	880	1	0,2	2,77
		2	0,5	3,74

		Control	Nada	2,31
B	13.000	1	0,2	2,84
		2	0,5	3,44

		Control	Nada	2,22
10 C	100.000	1	0,2	3,25
		2	0,5	3,61

1 A 10 % de contenido de polímero, pH de 5 y 25°C, antes de
15 reacción de formaldehído-dimetilamina.

2 Polímero en base a peso en seco de fibras.

3 kg/cm², por ensayo de Mullen.

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento,
así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacer-
se constar que las disposiciones anteriormente indicadas son
susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alte-
ren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

25 1ª.- Procedimiento para la fabricación de papel
de mejorada resistencia en seco, caracterizado porque compren-
de formar una suspensión acuosa de fibras de celulosa formado
ras de papel que tiene un pH entre 4 y 8, formar con dichas
fibras una tela, y secar dicha tela, agregar a dicha suspen-
sión de 0,01 a 5 % en peso, en base al peso en seco de las
fibras, de un copolímero insoluble en agua, autodispersable

30
[Handwritten signature]

en agua, que consiste en 60-93 % en peso de ligaduras de acrilamida, 5-35 % en peso de ligaduras vinílicas hidrófugas, 2-23 % en peso de ligaduras de N-[dialquilaminometil]acrilamida, en donde dichos grupos alquílicos individualmente contienen 1-3 átomos de carbono, y 0-10 % en peso de ligaduras vinílicas aniónicas, teniendo dicho copolímero una viscosidad en dispersión de agua a 10 % en peso de sólidos de polímero, pH de 9,5 y 25°C, de 250-200.000 centipoises.

2ª.- Procedimiento para la fabricación de papel de mejorada resistencia en seco, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 23 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

AMERICAN CYANAMID COMPANY

25 JUN 1976

SÓRREZ ACEVEDO Y MUÑOZ
Soc. Española de Santa Fe de Navacerrada

