



11	NUMERO	10	A 1
21	458206		
22	FECHA DE PRESENTACION		
	27 ABR. 1977		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			D21J		

54	TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PAPEL APRESTADO"	

71	SOLICITANTE (S)
AMERICAN CYANAMID COMPANY.	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
Wayne, New Jersey, EE.UU. de A.	

72	INVENTOR (ES)
Edward Strazdins.	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
D. José Miguel Gómez-Acebo y Pombo.	

La presente invención se relaciona con un procedimiento para la fabricación de papel aprestado con colofonia (incluyendo el aprestado con jabón) de propiedades de apresto mejoradas. Más particularmente, se relaciona con un procedimiento para producir papel aprestado con jabón en donde las propiedades del aprestado del apresto se mejoran por la presencia de un agente de refuerzo.

Una gran parte del papel de escribir, de libros y de libros de contabilidad fabricado en la actualidad se compone de fibras de celulosa aprestadas mediante un contenido de un jabón de aluminio. El jabón puede ser rosinato de aluminio, estearato de aluminio, una sal de aluminio de petróleo oxidado, naftenato de aluminio, o de hecho un jabón de aluminio de cualquier ácido carboxílico hidrofóbico que sea soluble o dispersable en agua, como su sal de sodio. Kulick, en la Patente Norteamericana Número 3,526,524 da a conocer que ciertas polivinilaminas actúan como agentes de refuerzo para el apresto de colofonia, aumentando considerablemente la repelencia al agua impartida por este material.

De conformidad con la presente invención, se propor-

ciona un papel aprestado con jabón que contiene una polivinilcicloamidina soluble en agua y posee propiedades de apresto efectivas notablemente mejoradas. El mejor refuerzo se produce mediante las polivinilcicloamidinas que por si no inparten esencialmente aprestado. En la invención, parece ser que los enlaces de la vinilcicloamidina actúan como agentes de refuerzo mejorando la resistencia que ya posee el papel a la penetración de flúidos acuosos. Las ventajas de la invención se amplían hasta el papel aprestado con jabón (incluyendo papel aprestado con colofonia).

Se indica además, que la polivinilcicloamidinas producen su acción de refuerzo cuando se aplican en relación con dispersiones catiónicas de apresto de colofonia libre superior.

Se indica también que la acción de refuerzo de estos agentes se produce también cuando las polivinilcicloamidinas se añaden junto con una dispersión catiónica en donde cierta cantidad (v. gr., 0.5 por ciento) y si se desea, tanto así como 20 por ciento o más de la colofonia está en una forma de sal de metal alcalino.

La razón por la cual las polivinilcicloamidinas son inusitadamente eficaces con respecto a lo anteriormente citado y no se ha comprendido y el solicitante no desea quedar limitado mediante teoría alguna.

En casos preferidos, el papel posee las siguientes

ventajas:

1. Posee hasta aproximadamente seis veces la resistencia para la penetración de flúidos acídicos acuosos que el papel correspondiente que no contiene el agente de refuerzo.

5 La invención por otra parte, permite de esta manera que se elabore mejor papel aprestado mediante procedimientos de aprestado de colofonia establecidas o permite una economía considerable en el consumo del apresto de colofonia cuando no se desea mejora en el aprestado.

10 2. El papel posee aprestado muy satisfactorio cuando se elabora valores de pH tan elevados así como de 8. A este valor de pH, el apresto de colofonia proporciona aprestado comparativamente insatisfactorio.

15 La invención por lo tanto, permite que se elabore papel bien aprestado cerca de la neutralidad, con la corrosión disminuida consecuente de la máquina de fabricación de papel y ablandamiento disminuido en el papel mediante el ácido a medida que se seje.

20 3. La polivinilcicloamidina actúa como un auxiliar de retención para auxiliares de apresto complementarios (v. gr., emulsiones de cera aniónica) y para pigmentos (incluyendo pigmentos sensibles al ácido tales como carbonato de calcio y azul ultramarino.)

25 El procedimiento de la presente invención por lo tanto permite ahorros en el consumo de estos materiales com-

plementarios y produce una descarga de agua blanca más limpia disminuyendo de esta manera, la contaminación junto con la producción de papel que tenga un valor de pH deseable.

5 4. El procedimiento no requiere cambio en los pasos de manipulación empleados hasta ahora. Por lo tanto, no requiere que el fabricante de papel aprenda nuevas técnicas.

De conformidad con una modificación de la presente invención, una suspensión acuosa de fibras de fabricación de papel de celulosa (que se baten de la manera acostumbrada) se prepara a la consistencia que se acostumbra. A esto se añade  
10 separadamente una solución acuosa de un polímero de vinilcicloamidina catiónico soluble en agua que tiene un peso molecular de por lo menos 1,000, junto con un apresto de jabón y alumbre u otra sal de aluminio soluble en agua después de lo  
15 cual las fibras se forman en una cinta continua húmeda que se seca de la manera acostumbrada (en rodillos que tienen temperaturas de superficie dentro de la escala de 88°C. a 121°C.). Esencialmente, toda la polivinilcicloamidina es absorbida por las fibras y actúa como un agente de refuerzo para el  
20 apresto. La polivinilcicloamidina se añade separadamente del apresto de jabón. El alumbre y la polivinilcicloamidina se añaden antes o después del apresto. El alumbre y la polivinilcicloamidina pueden añadirse juntas o promezclarse.

25 Los aprestos de jabón se preparan mediante saponificación de un ácido orgánico apropiado con un álcali de me-

**POOR  
QUALITY**

tal alcalino. Los ácidos orgánicos usados son aquellos que son hidrofóbicos de manera que son insolubles en agua, pero forman una dispersión jabonosa cuando se saponifican con hidróxido de sodio o de potasio. Se precipitan mediante el alumbre y en el papel están presentes como sus sales de aluminio.

El estearato de sodio, rosinato de sodio y las sales de sodio de ciertos ácidos derivados del petróleo se emplean comúnmente en la fabricación del papel aprestado.

Las polivinilcicloamidinas se emplean como aditivos en la fabricación general del apresto de colofonia en donde una suspensión acuosa de fibras batidas de fabricación de celulosa se prepara a un pH ácido, se añaden un apresto de jabón y alumbre como los agentes de aprestado mediante lo cual el apresto de jabón se precipita como un jabón de aluminio en las fibras, las fibras se forman en una cinta continua mojada con agua y la cinta continua se seca.

La polivinilcicloamidina de preferencia se añade en la forma de una solución acuosa a cualquier dilución conveniente (por lo general de 1 por ciento a 10 por ciento para facilitar el suministro regulado y la distribución uniforme a través de la pasta).

Aún una cantidad tan pequeña así como de 0.1 por ciento de polivinilcicloamidina ocasiona una acción de refuerzo considerable. La cantidad efectiva mínima no se ha

determinado, pero es evidentemente mucho menor. Cantidades mayores de 0.1 por ciento pueden emplearse ventajosamente y la cantidad efectiva máxima tampoco se ha determinado. Sin embargo, una cantidad apropiada puede determinarse fácilmente mediante pruebas en laboratorio.

Las polivinilcicloamidinas usadas en el procedimiento de la presente invención, tienen pesos moleculares en exceso de 1,000. Las polivinilcicloamidinas que tienen un peso molecular menor imparten una acción de refuerzo comparativamente menor. Se prefiere usar las polivinilcicloamidinas que tienen pesos moleculares dentro de la escala de 10,000 a 500,000, puesto que en esta escala los polímeros poseen tanto una buena acción de refuerzo como una viscosidad convenientemente baja. Los polímeros preferidos están esencialmente exentos de átomos de amonio cuaternario, puesto que estos substituyentes disminuyen la acción de refuerzo que poseen las polivinilcicloamidinas y no imparten ventaja alguna.

Las polivinilcicloamidinas usadas en el procedimiento de la presente invención pueden y de preferencia están compuestas totalmente de enlaces de vinilcicloamidina. Por lo tanto los polímeros tales como poli-2-vinilimidazolina, poli-2-viniltetrahidropirimidina, poli-1-vinilimidazolina, poli-1-viniltetrahidropirimidina y poli-4,5-dimetil-2-vinilimidazolina se pueden usar. Estos polímeros no poseen propiedades de aprestado. Si se desea, los polímeros pueden contener propor-

ciones pequeñas de enlaces que no cambian el carácter esencial del polímero, por ejemplo, que se forman mediante copolimerización de acrilonitrilo, acrilamida, acrilato de metilo, acrilato de 2-(dietilamino)etilo y acetato de vinilo.

5           Se toleran los enlaces hidrofóbicos, por ejemplo el estireno, p-clorocestireno, y acrilato de octadecilo, y conducen a las polivinilcicloamidinas hidrofóbicas - hidrofílicas siempre y cuando las proporciones de las mismas sean tan pequeñas que los polímeros sean solubles en agua. Los polímeros  
10           proporcionan el mejor efecto de refuerzo, sin embargo, son aquellos que consisten totalmente de substituyentes de vinilcicloamidina.

          Las polivinilcicloamidinas de  $C_2-C_3$  (que se preparan respectivamente haciendo reaccionar el etilendiamina y trimetilendiamina con poliacrilonitrilo) se prefieren debido a que  
15           se preparan rápidamente a partir de materias primas baratas y proporcionan un efecto de refuerzo excelente. Estos dos polímeros se conocen específicamente como poli-2-vinilimidazolina y poli-2-viniltetrahidropirimidina.

20           El apresto de jabón puede ser cualesquiera de los aprestos que pueden obtenerse en la actualidad. Por lo tanto el apresto puede ser uno que se elabora a partir de una colofonia que se ha tratado térmicamente o desproporcionado para disminuir su tendencia a cristalizarse o a formar espuma  
25           o puede elaborarse de una colofonia que se ha reforzado median-

te su reacción con anhídrido maléico, ácido fumárico, ácido cítrico, ácido acetilendicarboxílico, formaldehído, saligenina, etc.

5 El apresto de colofonia puede saponificarse completamente o puede saponificarse parcialmente, y la colofonia no saponificada está en un estado coloidal. Puede tener un contenido de un monool como fluidificante y un contenido de un agente de etilenglicol que inhibe la formación de una costra por encima del apresto de colofonia cuando se expone  
10 al aire.

La sal de aluminio puede ser una sal de aluminio soluble en agua, por ejemplo, nitrato de aluminio, cloruro de aluminio o alumbre (sulfato de aluminio). El alumbre se prefiere debido a su disponibilidad fácil y economía y debido a  
15 los resultados satisfactorios que proporciona.

Las cantidades del apresto de jabón que se añaden deben ser aquellas que proporcionen la cantidad de aprestado deseada.

La cantidad de la sal de aluminio que se añade debe ser aquella que produce el mejor apresto, pero la cantidad empleada por lo general es menor que aquella usada en los procedimientos de aprestado con jabón convencionales.  
20

Las cantidades específicas de los reactivos anteriormente citados que producen el mejor apresto, en cualquier  
25 caso, no pueden determinarse fácilmente debido a que varias

polivinilcicloamidinas varían en su cationicidad, y sus propiedades hidrofóbicas e hidrofílicas y en su eficacia de refuerzo; debido a que los aprestos de jabón varían en sus propiedades de aprestado y su anionicidad. Sin embargo, pueden lograrse resultados satisfactorios efectuando una serie de pruebas de laboratorio en donde se modifican las variables gradualmente de acuerdo con los procedimientos generales que se muestran en los ejemplos que se darán a continuación.

Pueden añadirse agentes complementarios en el procedimiento siempre y que no interfieran con la interacción entre la polivinilcicloamidina y el apresto de colofonia o que cambien por lo demás la naturaleza esencial del procedimiento. Los agentes complementarios que pueden añadirse con seguridad incluyen apresto de cera de una carga electrostática aniónica o catiónica (que se prepara emulsionando cera con un agente emulsionante apropiado); de manera semejante, isocianato de octadecilo emulsionado, dímero de cetano de octadecilo o anhídrido estéarico; pigmento de fabricación de papel (arcilla, carbonato de calcio, dióxido de titanio, negro de carbón, azul ultramarino, etc.); almidón o una relación molar de 90:10 de un copolímero de acrilamida:ácido acrílico como el agente de refuerzo seco y acetato de dodecilguanidina como un pesticida.

Las polivinilimidazolininas anteriormente citadas se emplean convenientemente en la forma de soluciones acuosas,

que pueden tener un pH neutral o ácido. Se obtienen los mejores resultados cuando el polímero se componen esencialmente de enlaces de vinilcicloamidina. Este polímero en un medio ácido acuoso forma dispersiones coloidales turbias u opalescentes en el mismo. Estas dispersiones se consideran como soluciones para los objetos de la presente invención.

Cuando la dispersión acuosa del apresto es aniónica, la polivinilcicloamidina se añade separadamente, de preferencia ya sea antes o subsecuentemente a la adición de la dispersión del ácido carboxílico hidrofóbico. Aún cuando se toleran cantidades pequeñas de polivinilcicloamidina mediante las dispersiones aniónicas acuosas de los ácidos carboxílicos hidrofóbicos y pueden premezclarse con las mismas, se evita cualquier daño de floculación si las dos se añaden consecutivamente.

Cuando la dispersión acuosa del apresto es catiónica, la polivinilcicloamidina y la dispersión de ácido carboxílico pueden añadirse separadamente.

En cualquier caso, las suspensiones fibrosas se forman en una cinta continua a un pH ácido. El mejor aprestado por lo general se obtiene cuando la suspensión se forma en hojas a un pH dentro de la escala de 4.5 a 6.5 y esta escala por lo tanto, es la preferida.

La invención se describirá con mayor particularidad en los ejemplos que se darán a continuación. A no ser que

se manifieste lo contrario, todas las partes y porcentajes están basados en el peso seco de las fibras.

Ejemplo 1

5 Lo siguiente ilustra varias modalidades de la presente invención en donde el apresto de jabón es apresto de colofonia mostrando además la cantidad del aprestado que se produce mediante el polímero cuando se usa solo, mediante el apresto de colofonia en combinación con el alumbre solo mediante el apresto de colofonia en combinación con el polímero solo.

10

Los componentes se añaden como soluciones acuosas al 1 por ciento a un pH de 5.0; se usan los mismos componentes. El apresto de colofonia es un apresto que se usa comercialmente.

15 Una suspensión acuosa de una mezcla al 50:50 de fibras de fabricación de papel kraft de madera dura/madera suave blanqueadas que se baten hasta una finura normal Canadiense de 500, se prepara a una consistencia de 0.6 por ciento. Se toman cinco alcuótas que se tratan de la siguiente manera.

20 Los porcentajes están basados en los pesos secos de las fibras. Todos los agentes se añaden como soluciones acuosas al 1 por ciento.

Control A. A este se añade 0.10 por ciento de poli-

2-vinilimidazolina, pero no se añade alumbre ni apresto de colofonia.

5           Control B. A esto se añade primero 1.0 por ciento de un apresto de colofonia comercial (qs se elabora de acuerdo con la Patente Norteamericana Número 3,400,117) y luego 1.5 por ciento de alumbre, pero no se añade polivinilcicloamidina.

Control C. A esto se añade 0.2 por ciento de poli-2-vinilimidazolina y luego 1.0 por ciento del apresto de colofonia anteriormente citado, pero no se añade alumbre.

10           Número 1. A esto se añade 0.1 por ciento de polivinilcicloamidina que está compuesta casi esencialmente de enlaces de 2-vinilimidazolina, 1.0 por ciento del apresto de colofonia anteriormente citado y 1.5 por ciento de alumbre.

15           Los agentes se añaden con agitación suave y se permite un intervalo de un minuto entre cada adición para proporcionar una distribución uniforme del material que se añade y para permitir que la adsorción continúe hasta completarse esencialmente.

20           Se forman hojas de prueba mediante un procedimiento de laboratorio normal a un peso básico de 22.700 kilogramos por 63.50 por 101.60 centímetros/500 reama y se secan durante dos minutos en un secador de tambor de laboratorio teniendo el tambor una temperatura de 116°C. La resistencia de estas hojas a la penetración de soluciones acuosas se determina luego.  
25           Se dejan caer sobre las muestras del papel, sobre una plc

ca de vidrio gotas de la tinta normal de la TAPPI, y el tiempo promedio que se requiere para que la tinta penetre a través del papel se toma con la cantidad del aprestado que posee el papel. Los resultados son los siguientes:

Alicuota	% de PVI <sup>1</sup>	Apresto de Colofonia I,2	% de Alumbre <sup>1</sup>	Resistencia a la tinta segundos	Absorción de agua <sup>3</sup>
A	0.1 <sup>4</sup>	--	--	2	130
B	--	1.0	1.5	300	60
C	0.2 <sup>2</sup>	1.0	--	40	110
.....	.....	.....	.....	.....	.....
1	0.1 <sup>4</sup>	1.0	1.5	1800	55

5

10

15

<sup>1</sup> porcentaje de polivinilimidazolina sobre el peso seco de las fibras.

<sup>2</sup> el apresto es un apresto comercial saponificado al 70 por ciento

<sup>3</sup> Después de inmersión total durante 15 minutos

<sup>4</sup> Poli-2-vinilimidazolina.

El control A muestra que las polivinilcicloamidinas solas no producen esencialmente aprestado. El control B demuestra que el alumbre y el apresto de colofonia producen buen aprestado. El control C muestra que las polivinilci-

cloamidinas no actúan como agentes de refuerzo para el  
apresto de colofonia que no esté presente como un jabón de  
aluminio, aún cuando la cantidad de la polivinilcicloamidina  
sea el doble de aquella que ocasiona una acción de refuerzo  
5 excelente en el apresto de jabón.

La prueba 1 muestra que el papel aprestado con ja-  
bón posee seis veces mejor resistencia a la tinta y una re-  
sistencia al agua considerablemente mejorada cuando contiene  
una cantidad pequeña de una polivinilcicloamidina compuesta  
10 totalmente de enlaces de vinilcicloamidina.

#### Ejemplo 2

Lo siguiente ilustra la acción de refuerzo de la  
poli-2-vinilimidazolina con respecto a los aprestos de jabón  
que no sean el apresto de colofonia.

15 Se repite el procedimiento de la prueba 1 del  
Ejemplo 1 excepto que los aprestos de jabón que se muestran  
en el cuadro que se da a continuación se usan en vez del  
apresto de colofonia del Ejemplo 1. Los aprestos mostrados  
a continuación se preparan neutralizando los ácidos grasos  
20 originales con hidróxido de sodio a temperatura elevada con  
buena agitación a fin de convertir el 70 por ciento del ácido  
graso en forma de jabón, y la porción no saponificada del áci-  
do graso se emulsiona mediante la agitación. Los resultados  
son los siguientes.

Avreasto de Jabón

Prueba Número	Polímero <sup>1</sup>	Acido Original	porcentaje añadido <sup>2</sup>	porcentaje de alumbre <sup>2</sup>	pH <sup>3</sup>	Resistencia a la tinta, segundos.
A	Ninguno	esteárico	0.5	1.0	4.8	90
1	0.1	idem	0.5	1.0	4.8	181
.	.	.	.	.	.	.
B	Ninguno	Nafténico	0.5	1.0	4.8	70
2	0.1	idem	0.5	1.0	4.8	130
.	.	.	.	.	.	.
C	Ninguno	1-Naftalen-4 carboxílico <sup>4</sup>	0.5	1.0	4.8	78
3	0.1	idem	0.5	1.0	4.8	163
.	.	.	.	.	.	.
D	Ninguno	Véase nota <sup>(5)</sup>	0.5	1.0	4.8	103
4	0.1	idem	0.5	1.0	4.8	172

- 1 Poli-2-vinilimidazolina.
- 2 Basado en el peso seco de las fibras.
- 3 Durante la formación de la hoja
- 4  $C_{10}H_7COOH$ .
- 5 5 Aducto de Diels - Alder de resina de petróleo que se describe en la Patente Norteamericana de Ten Yoshii y otros, Número 3,279,975.

Ejemplo 3

10 El siguiente ilustra la tolerancia a los cambios en el pH que imparte el polímero al procedimiento de aprestado de jabón.

15 El método general del Ejemplo 1 se sigue hasta el punto en donde se separan las alicuótas. Una alicuota se trata con polímero y apresto de colofonia y alumbre de acuerdo con el Ejemplo 1. Una segunda alicuota se separa y se trata con apresto de colofonia solo y alumbre en las mismas proporciones. Las alicuótas se retiran de ambas porciones, se ajustan a los valores de pH que se muestran en el Cuadro que se da a continuación con una solución de hidróxido de sodio y se forman en hojas de prueba que se someten a prueba para determinar su resistencia a la tinta tal y como se ha descrito en el Ejemplo 1. Los resultados son los siguientes:

20

Prueba Número	Polímero <sup>1</sup>	% de Apre- to de colo- fonia <sup>1</sup>	pH de la pasta <sup>2</sup>	Aprestado segundos
A	Ninguno	1.0	4.8	330
B	idem	idem	6.0	60
C	idem	idem	7.0	instantá- neamente
D	idem	idem	8.0	idem
E	idem	idem	9.0	idem
.....				
1	0.10	1.0	4.8	1720
2	idem	idem	6.0	1310
3	idem	idem	7.0	400
4	idem	idem	8.0	30
5	idem	idem	9.0	instantá- neamente

<sup>1</sup> basado en el peso seco de las fibras.

<sup>2</sup> Después de la adición de todos los agentes

5 La comparación de los resultados de las pruebas de control A a E, respectivamente con los resultados obtenidos mediante las pruebas 1 a 5 demuestra que en la presencia del polímero se obtiene mucho mejor aprestado a través de una escala de pH más amplia que con la colofonia sola.

Ejemplo 4

Lo siguiente ilustra el efecto de la poli-2-vinilimidazolina para ocasionar el desarrollo de un buen aprestado mediante el apresto de colofonia en presencia de un material de relleno de carbonato de calcio.

5           Se repite el procedimiento de la prueba 1 del Ejemplo 1 con la excepción de que se añade 10 por ciento de carbonato de calcio de calidad de relleno (basado en el peso seco de las fibras) antes de la adición del polímero y del apresto de colofonia. Las hojas tienen un valor de 380 segundos en  
10 la prueba de aprestado de tinta.

Un control (que no contiene polivinilimidazolina) produjo papel que tenía un valor de aprestado de tinta de sólo 25 segundos.

#### Ejemplo 5

15           Lo siguiente ilustra la preparación del papel de acuerdo con la presente invención, mediante un procedimiento en donde la colofonia se aplica como una dispersión catiónica y el jabón de aluminio de la colofonia se forma en las fibras durante el paso de secado.

20           La dispersión acuosa coloidal catiónica de colofonia se forma de la siguiente manera:

A 106 gramos de tolueno a temperatura ambiente se añaden 106 gramos de un apresto de colofonia reforzado con-

cial (preparado haciendo reaccionar un mol de colofonia de  
aceite de resina con aproximadamente 1/4 de mol de formaldehído  
y de aproximadamente un sexto de mol de ácido fumárico). La  
mezcla se agita hasta que se forma una solución. A esta se  
5 añade con agitación manual vigorosa una solución de 2.12 gra-  
mos de polietilenimina (peso molecular de 1800) y 6.09 gramos  
de ácido acético glacial en 202.8 gramos de agua. Se forma  
una emulsión catiónica cruda que se homogeniza dos veces a  
temperatura de 20°C. bajo una presión de 281.200 kilogramos  
10 por centímetro cuadrado. El tolueno se depura al vacío y el  
agua que se ha evaporado se reemplaza por una cantidad igual.  
El producto es una dispersión catiónica estable, cremosa,  
blanca esencialmente homogénea que contiene aproximadamente  
35 por ciento en peso de sólidos en donde aproximadamente el  
15 90 por ciento de las partículas son de un diámetro de 0.01  
micrón y 1 micrón. Esencialmente toda la colofonia está pre-  
sente en estado coloidal no saponificado.

Las propiedades de anrestado de la dispersión ante-  
riormente citada se determinan de la siguiente manera:

20 Una suspensión acuosa de una mezcla de 50:50 de  
fibras de fabricación de papel de madera dura blanqueada:  
madera suave blanqueada que se baten hasta un refinado normal  
Canadiense de 430 centímetros cúbicos y que tiene una consis-  
tencia de 0.6 por ciento (peso en seco de las fibras sobre  
25 el peso de la suspensión) se divide en alicuótas.

A una se añade 0.4 por ciento (base de sólidos) de la dispersión de colofonia coloidal descrita en lo que antecede seguida por 0.6 por ciento de alumbre que se basa en el peso en seco de las fibras, después de lo cual la suspensión se ajusta a un pH de 6.0 mediante la adición de hidróxido de sodio. Una parte de la alicuota se forma en hojas a un peso básico de 139.70 kilogramos por resma de 63.50 por 101.60 centímetros/500 y una parte se forma en hojas a un peso básico de 90.80 kilogramos por resma semejante. Las hojas resultantes se consideran como las hojas de control. El aprestado de las hojas de peso ligero se prueba mediante la aplicación de tinta de TAPPI, y el aprestado de las hojas gruesas se determina mediante la aplicación de una solución acuosa al 20 por ciento de ácido láctico mediante penescripico.

El procedimiento se repite excepto que se añade a la suspensión 0.025 por ciento de polivinilimidazolina (basándose en el peso seco de las fibras) después del alumbre. El procedimiento se repite dos veces más con la excepción de que se aumenta la cantidad de polivinilimidazolina ("PVI") en la primera prueba, y luego hasta 0.05 por ciento y en la segunda prueba hasta 0.1 por ciento sobre el peso seco de las fibras. Los resultados son los siguientes:

Prueba Número	Porcentaje de PVI Añá dido	Tinta, <sup>a</sup> segundos	Acido Láctico segundos <sup>a</sup>	Agua Absorbida <sup>b</sup> porcentaje
Control	Ninguno	0	25	75.9
.....	.....	.....	.....	.....
1	0.025	278	161	43.5
2	0.05	538	174	41.4
3	0.1	533	146	43.8

<sup>a</sup> Segundos requeridos para que la gota de tinta penetre en el papel

<sup>b</sup> Porcentaje de agua absorbido basándose en el peso seco de la hoja.

5

Ejemplo 6

Lo siguiente ilustra el efecto de refuerzo de la polivinilimidazolina cuando se aplica junto con una dispersión de colofonia coloidal en donde una parte de la colofonia se saponifica con un metal alcalino.

10

El procedimiento del Ejemplo 5 se repite con la excepción de que se omite la polietilenimina y la solución emulsificante (que contiene el tolueno) contiene una cantidad suficiente hidróxido de potasio para saponificar el 4 por ciento de la colofonia y la polivinilimidazolina se añade a la suspensión

15

fibrosa aproximadamente un minuto antes de la adición de la dispersión de colofonia. Los resultados son los siguientes:

Prueba Número	Porcentaje de PVI Añadido	Tinta, Segundos <sup>a</sup>	Acido Láctico segundos <sup>a</sup>	Absorción de Agua porcentaje <sup>a</sup>
Control	Ninguno	0	0	108.0
1	0.025	246	167	45.5
2	0.05	411	208	42.6
3	0.1	577	206	40.5

<sup>a</sup> Para una explicación véase el Ejemplo 5.

5

Ejemplo 7

Lo siguiente ilustra el efecto de refuerzo para el aprestado de colofonia de la poli-2-vinilimidazolina que se añade separadamente del apresto de colofonia y el alumbre.

10 Un papel kraft sudésio blanqueado de una consistencia de fibras de 0.5 por ciento (0.5 gramos/100 mililitros de agua) se usó en esta prueba. A esto se añade 0.5 por ciento, basado en el peso de la fibra de ALPHASIZ<sup>(R)</sup> 20, una colofonia aniónica usada comercialmente fabricada por American Cyanamid Company, Wayne, New Jersey. La colofonia se agita durante 60

15 segundos.

Luego se añade 0.75 por ciento basado en el peso de la fibra de alambre de fabricación de papel y se agita durante 60 segundos a través de cuyo período de tiempo la solución de material se ajusta a un pH de 5.0.

5 Se retiran alicuótas y se preparan dos hojas de prueba Noble-Wood de una base en peso de 22.700 kilogramos (resma Ta-pi normal de 63.50 por 101.60/500). Las hojas húmedas se prensan entre fieltros y luego se dejan secar al aire a temperatura ambiente. El secado al aire a temperatura ambiente permite que la colofonia permanezca en forma sin reaccionar.

10 Las hojas luego se cortan en tres tiras, que luego se impregnan con (A) agua de la llave, (B) 0.05 por ciento basado en la solución de agua de PVI, (C) 0.1 por ciento, basado en la solución de agua de PVI. El PVI usado es poli-2-vinilimidazolina. Pasando las tiras secadas en aire antes y después de la impregnación, se determina la absorción efectiva del agua y el polímero.

20 Las tiras impregnadas con PVI se hacen luego pasar a través del secador de papel a temperatura superficial de 116°C. A esta temperatura, la colofonia se funde y reacciona con los iones de aluminio del alambre para formar resinato de aluminio en presencia del PVI.

Las hojas secas luego se prueba para determinar la

resistencia a la tinta y al agua colocando una gota de tinta un fluido de Escritura Skrip de Shaeffer Color Negro Lavable Número 62) y una gota de agua en las hojas. El periodo de tiempo para que la tinta y el agua se absorban completamente en el papel se determina a continuación.

Los resultados son los siguientes:

Líquido Usado para Impregnación	Porcentaje de Polímero Retenido en la Fibras	Absorción de Tinta Segundos	Absorción de Agua Segundos
Agua de la Llave	--	10	37
0.05% de PVI	0.09	1200	83
0.10% de PVI	0.19	2280	140

10 Describa suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la fabricación de papel  
aprestado, por un contenido de un jabón de aluminio de un  
ácido carboxílico hidrofóbico, en donde las fibras de celu  
losa de fabricación de papel se humedecen con agua hasta un  
pH ácido para formar una cinta continua y la cinta conti  
nua se seca en rodillos que tienen una temperatura superfi  
cial de 88° a 121°C., caracterizado porque comprende añadir  
separadamente a una suspensión acuosa de las fibras, una dis  
persión coloidal acuosa de un ácido carboxílico hidrofóbico y  
10 una cantidad efectiva de una poli-2-vinilcicloamidina catión  
ica soluble en agua que tiene un peso molecular superior a  
1.000, como un agente de refuerzo, y depositar el ácido car  
boxílico hidrofóbico en las fibras mediante la acción de a  
lumbre a un pH ácido, añadiéndose la poli-2-vinilcicloami  
15 dina y la dispersión separadamente a la suspensión.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac  
terizado porque las partículas de ácido carboxílico coloidal  
dispersas son aniónicas.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac  
terizado porque las partículas del ácido carboxílico coloidal  
dispersas son catiónicas.

25 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac  
terizado porque las partículas de ácido carboxílico coloidal  
dispersas se depositan en las fibras a un pH de aproximada  
mente 4,5 a 6,5.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la poli-2-vinilcicloamidina se añade como un componente del alumbre.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el alumbre se añade primero, la poli-2-vinilcicloamidina se añade en segundo lugar, y la dispersión aniónica de las partículas del ácido carboxílico hidrofóbico se añade al final.

10 7.- Procedimiento para la fabricación de papel a-  
prestado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 27 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 ABR 1977

AMERICAN CYANAMID COMPANY.

J. M. GOMEZ ACEBO Y PARRA

p. p. Firmado: L. Gaeta Fernández

