

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

20 DIC. 1978

Registro de la Propiedad Industrial de España con los datos que figuran en el presente documento y en el anexo que acompaña al presente documento adjunto.



ESPAÑA

(1) NUMERO	469071	(13) A1
(2) FECHA DE PRESENTACION	24. ABR. 1978	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 790.650	(32) FECHA 25-4-77	(33) PAIS E.U.A.
A1 469071 790116 D 21 H 3/34		

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09H;C08L	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	-----------------------------------------------	----------------------------------------

(54) TITULO DE LA INVENCION  
"UN PROCEDIMIENTO DE INVERSION MEJORADO PARA LA PREPARACION DE COLA PARA PAPEL A PARTIR DE COLOFONIA ENRIQUECIDA".

(71) SOLICITANTE (S)  
HERCULES INCORPORATED (Greiner Case No. 2)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
910 Market Street, Wilmington, Delaware, 19899, Estados Unidos de América.

(72) INVENTOR (ES)  
Richard William Greiner.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE  
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-68.619)

BAD ORIGINAL

Greiner  
Case No. 2

Esta invención se refiere a un método de preparar dispersiones acuosas de resina enriquecida, a las dispersiones acuosas así preparadas, y a su empleo en la fabricación de productos de papel encolado.

5 El encolado interno del papel con colofonia es expuesto por Casey, Pulp and Paper, Segunda edición, volumen II: Papermaking, capítulo XIII, páginas 1043 a 1066, a lo que se hace referencia en esta memoria.

10 En la página 1.048, Casey explica lo que es la cola de colofonia enriquecida y afirma que las colas de colofonia enriquecida se preparan, haciendo reaccionar anhídrido maleico u otros dienófilos con colofonia para aumentar el número de grupos de ácido carboxílico. Casey afirma también que una cola enriquecida típica puede con-  
15 tener entre aproximadamente 1% y 30% de anhídrido del ácido maleopimárico.

Casey, en la página 1047, bajo el encabezamiento "Free Rosin Size", afirma que los méritos relativos de la cola con alto contenido de colofonia libre y de  
20 la cola con bajo contenido de colofonia libre, han constituido un tema de controversia durante muchos años, pero que ahora se reconoce bastante generalmente que la cola con alto contenido de colofonia libre da como resultado un encolado mejor y consume menos alumbre.

25 En la página 1050, bajo el encabezamiento

"Protected Rosin Size", Casey afirma que utilizando un coloide protector, es posible preparar una cola altamente estable, que contiene una proporción de colofonia libre tan elevada como del 90%. En la página 1051 Casey expone el procedimiento de Bewoid para la preparación de una cola con alto contenido de colofonia libre, y afirma que la cola de Bewoid, tal como se prepara usualmente, contiene aproximadamente un 90% de colofonia libre dispersada en una pequeña cantidad de jabón de colofonia y estabilizada por la presencia de aproximadamente un 2% de caseína o de otra proteína. La caseína se utiliza como coloide protector para evitar el crecimiento de las partículas de colofonia, manteniéndolas de este modo en un estado de fina subdivisión.

Casey afirma, además, que el procedimiento Bewoid implica la subdivisión mecánica de la colofonia en presencia de aproximadamente un 1 a un 2% de hidróxido sódico y aproximadamente un 2% de caseína. La colofonia se calienta y se somete a esfuerzos de cizallamiento mecánico, hasta que aquélla se subdivide en pequeñas partículas. Una pequeña cantidad de sosa cáustica (1,6 partes por cada 100 partes de colofonia) se añade seguidamente a la colofonia fundida, para saponificar parte de ésta y, a continuación, se añade caseína (2,0 partes de caseína dispersadas en 0,2 partes de cáustico) para estabi-

lizar las partículas dispersadas de colofonia. La caseína disuelta se incorpora en la colofonia fundida, bajo una vigorosa agitación, después de lo cual se añade una cantidad adicional pequeña de cáustico (0,2 partes) o se inyecta la masa fundida de colofonia caliente en agua que contiene caseína. Finalmente, se añade agua para producir una dispersión acabada que contiene aproximadamente 45% de sólidos, la cual se utiliza en esta forma. Este método se denomina a veces en la técnica como "procedimiento de inversión para la preparación de cola de colofonia" y la cola de colofonia así producida se denomina "cola invertida".

Utilizando el procedimiento de inversión, Mashburn, Patente de Estados Unidos 2.393.179, preparó una cola de colofonia libre, utilizando un agente de dispersión no alcalino, tal como alcohol graso superior sulfonado, en lugar de hidróxido sódico. La colofonia se funde y se añade la cantidad de agente dispersante deseada, con agitación suficiente para formar una masa fundida homogénea. Seguidamente, se añade gradualmente, con rápida agitación, una solución o dispersión acuosa substancialmente neutra o ligeramente ácida, de un coloide protector, tal como caseína, produciéndose de este modo una dispersión del tipo de pasta, de alto contenido de sólidos, la cual se diluye seguidamente con agua hasta un conteni-

do de sólidos del 40 al 60% en peso.

Casey, en las páginas 1051 y 1052, explica el procedimiento Prosize para la producción de una cola protegida, que contiene un elevado contenido de colofonia libre. Se evita que las partículas de colofonia crezcan y formen grandes agregados, mediante la presencia de una proteína tensioactiva, tal como proteína de soja.

La patente alemana 1.131.348 afirma que las colas de colofonia libre son dispersiones de ácidos resínicos no saponificados, con un cierto porcentaje de jabón de colofonia. Las dispersiones se preparan mediante el procedimiento de inversión. La mayor parte de las veces, éstas se utilizan con un contenido de colofonia libre comprendido entre un 60 y un 95%, y contienen además de la colofonia, emulsificantes y estabilizadores auxiliares, tales como estearatos, trietanolamina, caseína y ceras.

La patente alemana 1.131.348 afirma, además, que, hasta ahora, las colofonias enriquecidas no habían sido adecuadas para la preparación de dispersiones, debido a que aquéllas tenían, la mayor parte de las veces, puntos de fusión demasiado altos, tenían una tendencia a la cristalización, o formaban, durante la dispersión, finos posos que conducían a fenómenos de sedimentación. La patente alemana 1.131.348 describe y reivindica una cola

5 para papel y un procedimiento para la preparación de una cola para papel, en forma de una dispersión acuosa con un elevado contenido de colofonia libre, a partir de colofonia enriquecida, caracterizado porque la colofonia enriquecida se mezcla con ácidos grasos, mezclas de ácidos grasos y/o ácidos nafténicos, a temperaturas elevadas, y porque la dispersión se realiza de una manera conocida. El procedimiento utilizado en esta patente es el procedimiento de inversión.

10 La patente de Estados Unidos 3.565.755 describe una suspensión acuosa, estable y substancialmente homogénea, de material a base de colofonia, en un estado de fina subdivisión. El material a base de colofonia puede ser en su totalidad colofonia enriquecida o puede ser una  
15 mezcla de colofonia y colofonia enriquecida. Una cantidad muy pequeña del material a base de colofonia está saponificada y funciona como agente dispersante de las partículas a base de colofonia. Esta composición, que consiste esencialmente en el material a base de colofonia, el material a base de colofonia saponificada, y agua, se utiliza para el encolado del papel. La cola de la patente  
20 3.565.755 es una cola de colofonia altamente libre, porque contiene solamente una cantidad muy pequeña de material a base de colofonia saponificada. Además, posee buena estabilidad (buena duración en almacenamiento) durante  
25

prolongados periodos de tiempo, y no requiere el uso de los estabilizadores hasta ahora utilizados para la preparación de colas de colofonia altamente libre y estables, tales como, por ejemplo, caseína y proteína de soja.

5

En el procedimiento de la patente de Estados Unidos 3.565.755, se disuelve en agua un material, tal como una sal de colofonia o una sal de colofonia enriquecida, o un material alcalino, tal como hidróxido sódico. La solución acuosa resultante se mezcla con una solución de un disolvente orgánico inmiscible con agua, tal como benceno, el cual tiene disuelta en él colofonia enriquecida. La mezcla resultante se homogeneiza para producir una emulsión estable y, seguidamente, se separa el disolvente orgánico para proporcionar una dispersión acuosa estable.

10

15

La solicitud de patente australiana 69365/74, presentada el 24 de mayo de 1974, describe un procedimiento para la preparación de una dispersión acuosa, esencialmente estable, de material a base de colofonia, utilizada para el encolado de fibras celulósicas para la fabricación de papel, que comprende homogeneizar bajo una presión comprendida entre 140 kg/cm<sup>2</sup> manométricos y aproximadamente 560 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y a una temperatura comprendida entre aproximadamente 150°C y aproximadamente 195°C, una dispersión acuosa inestable, que contiene, en peso, por lo menos un 5% de sólidos, consistiendo

20

25

los sólidos esencialmente, en peso, entre 0% y aproximadamente 95% de colofonia y entre 100% y 5% de un producto de reacción de adición de colofonia y un compuesto ácido que contiene el grupo  $-C=C-C=O$ , siendo la cantidad de compuesto ácido de adición entre aproximadamente 1% y aproximadamente 20% del peso de sólidos total, caracterizado porque el procedimiento se realiza en presencia de un agente dispersante aniónico. El agente dispersante aniónico puede ser material a base de colofonia saponificada, alcoholbencenosulfonato sódico, sal del ácido naftalensulfónico y sodio, laurilsulfato sódico, y la sal de amonio del éster sulfato de un alcoholfenoxi(polietilenoxi)etanol.

La solicitud de patente sueca 7410018-1 describe una dispersión acuosa substancialmente estable, que consiste esencialmente en agua, material de colofonia, y, como estabilizador del material de colofonia, un alcoholbencenosulfonato de metal alcalino, estando presente dicho alcoholbencenosulfonato en una cantidad suficiente para estabilizar dicho material de colofonia. Las dispersiones se preparan haciendo pasar una mezcla preparada de los componentes, por un homogeneizador.

La patente de Estados Unidos 3.906.142, del 16 de Septiembre de 1.975, describe un agente para el encolado del papel, sin el empleo de sulfato de aluminio, que comprende una dispersión acuosa estable de colofonia

5 enriquecida, enriquecida por reacción con un ácido o anhídrido carboxílico alfa, beta insaturado; un coloide protector, tal como caseína; y una base volátil, tal como amoníaco; estando sin saponificar por lo menos el 90% de dicha colofonia enriquecida.

10 El método utilizado en la patente de Estados Unidos 3.906.142 es el procedimiento de inversión para la preparación de la cola, y consiste en fundir colofonia enriquecida en un recipiente provisto de mecanismo de agitación y de calentamiento. Seguidamente, se prepara en un recipiente independiente, un agente de dispersión y estabilizador, disolviendo una cantidad medida de un coloide protector, tal como caseína, y una cantidad medida de una base volátil, tal como amoníaco en agua. La siguiente etapa en la fabricación del agente de encolado es añadir rápidamente, a la colofonia fundida, el agente de dispersión y estabilizador preparado, haciendo uso de una agitación de alta velocidad u otra agitación intensa de la mezcla, durante y después de la adición. El contenido de sólidos de la dispersión acuosa de colofonia resultante se ajusta seguidamente, mediante la adición de una cantidad calculada de agua a aquella.

20 De acuerdo con esta invención, se proporciona un método para preparar dispersiones acuosas de colofonia enriquecida, mediante el procedimiento de inversión,

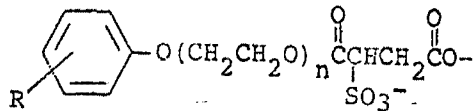
25

en el que no es esencial el uso de coloides protectores, tales como caseína, hasta ahora utilizados en el procedimiento de la invención.

5 Esta invención proporciona, en el procedimiento de inversión para la preparación de cola para papel a partir de colofonia enriquecida, en el cual se mezclan primeramente colofonia enriquecida fundida y agua que contiene un agente de dispersión, para proporcionar una emulsión, en la cual la colofonia enriquecida fundida es la fase continua y el agua es la fase dispersada, y la emulsión se invierte subsiguientemente mediante la adición de agua para proporcionar una emulsión, en la cual el agua es la fase continua y la colofonia enriquecida es la fase dispersada, la mejora en la cual se emplea, como agente de dispersión, un compuesto soluble en agua que proporciona en solución un anión que tiene la fórmula

10

15



20

en la que R es un alcohol de cadena normal o ramificada, que contiene de 4 a 18 átomos de carbono, y n es un entero de 4 a 25. El valor de n, tal como se utiliza aquí, es un valor medio, puesto que en el método de preparación de los agentes dispersantes, se obtienen en la reacción de

25

condensación, condensados de óxido de etileno que varían de longitud de cadena. Ejemplos de R son butilo, isobutilo, pentilo, isopentilo, hexilo, isohexilo, octilo, nonilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo y octadecilo.

5 Las dispersiones acuosas preparadas por el método de esta invención, comprenderán, en peso, entre aproximadamente 5% y aproximadamente 70% de colofonia enriquecida o mezcla de colofonia enriquecida (colofonia enriquecida mezclada con colofonia sin enriquecer o diluyente o ambos, como se describe a continuación) preferiblemente entre aproximadamente 10% y 55%; entre aproximadamente 1% y aproximadamente 10% de agente de dispersión, preferiblemente entre aproximadamente 2% y aproximadamente 8%, con relación a la colofonia enriquecida o a la mezcla de colofonia enriquecida; y el resto de agua hasta el 100%.

15 La colofonia utilizada para preparar la colofonia enriquecida empleada en esta invención, puede ser cualquiera de los tipos de colofonia comercialmente asequibles, tales como colofonia de madera, colofonia de resinas naturales, colofonia de aceite de tall o aceite de resina, y mezclas de cualesquiera dos de ellos o más, en su estado crudo o refinado. Las colofonias que tienen tendencia a cristalizar pueden ser tratadas, a temperaturas elevadas, con formaldehído o paraformaldehído, en presencia

20

25

de un catalizador ácido, por ejemplo, ácido para-toluen-sulfónico, de una manera conocida para los expertos en la técnica. Así, la colofonia tratada con formaldehído puede ser utilizada para la preparación de la colofonia enriquecida y se incluye en la expresión "colofonia" tal como se utiliza en esta memoria y en las reivindicaciones.

La colofonia enriquecida empleada, es el producto de la reacción de adición de colofonia y un compuesto ácido que contiene el grupo  $>C=C-C=O$  y se obtiene haciendo reaccionar la colofonia y el compuesto ácido a temperaturas elevadas, usualmente comprendidas entre aproximadamente 150 y aproximadamente 210°C.

La cantidad de compuesto ácido empleada será aquella cantidad que proporcione colofonia enriquecida que contiene entre aproximadamente 1% y aproximadamente 12% en peso, preferiblemente entre aproximadamente 4% y aproximadamente 9% en peso, de compuesto ácido de adición, con relación al peso de la colofonia enriquecida. En las patentes de Estados Unidos número 2.628.918 y 2.684.300 se exponen y describen métodos de preparación de colofonia enriquecida, y a ellas se hace referencia en esta memoria.

Ejemplos de compuestos ácidos que contienen el grupo  $>C=C-C=O$  que pueden utilizarse para la preparación de la colofonia enriquecida, incluyen los ácidos or-

gánicos alfa-beta insaturados y sus anhídridos disponibles, ejemplos específicos de los cuales incluyen ácido fumárico, ácido maleico, ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido itacónico, anhídrido itacónico, ácido citracónico y anhídrido citracónico. El ácido preferido para la reacción de adición es el ácido fumárico. Se pueden utilizar mezclas de ácidos para la preparación de la colofonia enriquecida, si se desea. También se pueden utilizar, si se desea, mezclas de diferentes colofonias enriquecidas. Así, por ejemplo, se puede utilizar una mezcla del producto de adición del ácido acrílico y colofonia y el producto de adición del ácido fumárico, para la preparación de las colas invertidas de esta invención.

La colofonia enriquecida puede ser diluida, si se desea, mediante diluyentes de ella conocidos, tales como ceras, en particular cera parafínica y cera microcristalina; resinas hidrocarbonadas, incluidas las derivadas de hidrocarburos petrolíferos y terpenos; y similares. Esto se lleva a cabo mezclando en fusión o mezclando en solución, con la colofonia enriquecida hasta aproximadamente un 100% en peso con relación al peso de colofonia enriquecida, del diluyente de colofonia enriquecida. Si se ha de mezclar un diluyente con la colofonia enriquecida, la cantidad de diluyente preferida empleada estará comprendida entre aproximadamente un 30% y aproximadamen-

te un 50% en peso, con relación al peso de la colofonia enriquecida.

5 Asimismo, se pueden utilizar mezclas de colofonia enriquecida y de colofonia sin enriquecer, para la realización de esta invención, así como mezclas de colofonia enriquecida, diluyente y colofonia sin enriquecer.

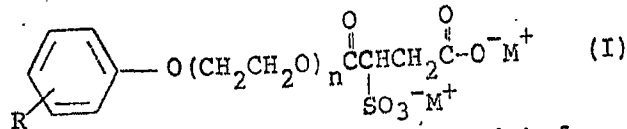
10 Las mezclas de colofonia enriquecida y colofonia sin enriquecer comprenderán entre aproximadamente un 25% y aproximadamente un 99% de colofonia enriquecida y entre aproximadamente un 75% y aproximadamente un 1% de colofonia sin enriquecer. Las mezclas de colofonia enriquecida, colofonia y diluyente de la colofonia, comprenderán entre aproximadamente un 25% y un 49% de colofonia enriquecida, entre aproximadamente un 5% y un 50% de colofonia sin enriquecer, y entre aproximadamente un 1% y un 50% de diluyente de la colofonia enriquecida.

15 Si se mezcla colofonia (es decir, colofonia sin enriquecer) con la colofonia enriquecida, aquella puede ser cualesquiera de las utilizadas en la preparación de la colofonia enriquecida, como se ha expuesto anteriormente. Además, si se desea, se pueden utilizar colofonias hidrogenadas parcialmente o substancialmente por completo, y colofonias polimerizadas.

20 Los agentes de dispersión utilizados para la preparación de las dispersiones de esta invención, son

25

compuestos solubles en agua representados por la fórmula



5

en la que R y n son como se han definido en lo que antecede.

En la fórmula (I)  $M^+$  es cualquier catión adecuado que permita una disolución sustancial del agente de dispersión en agua.

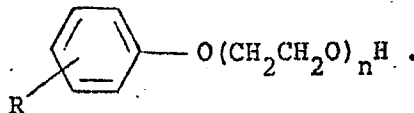
10

Preferiblemente  $M^+$  es un ión de metal alcalino, tal como potasio, sodio, litio y cesio; amonio ( $\text{NH}_4^+$ ); y mono-(hidroxiethyl)amonio. Uno de los  $M^+$  puede ser el ión hidrógeno ( $\text{H}^+$ ), si se desca.

15

Los agentes de dispersión solubles en agua de la fórmula (I) se preparan por métodos conocidos. Así, por ejemplo, se condensa óxido de etileno con un alcohol-fenol, tal como octilfenol, por métodos muy conocidos, para proporcionar un condensado de la fórmula

20



Como se ha expuesto anteriormente, el valor de n es un valor medio, puesto que en la reacción de condensación se

25

5 obtienen condensados de óxido de etileno que varían de longitud de cadena. El condensado se hace reaccionar seguidamente con anhídrido maleico o ácido maleico y el producto de reacción resultante se hace reaccionar subsiguientemente con un sulfito soluble en agua, tal como sulfito sódico, obteniéndose de este modo una sal soluble en agua de la fórmula (I). Las sales sódicas de los ésteres sulfosuccinato de los condensados de óxido de etileno y alcoholfenoles, pueden adquirirse en el comercio; un ejemplo específico es la que puede adquirirse bajo la designación registrada de aerosol A 103.

15 En la realización del procedimiento de esta invención, una cantidad conocida de colofonia enriquecida, junto con cualquier diluyente o resina no enriquecida deseada, o ambos, se calienta hasta fusión en un recipiente provisto de aparato de agitación y de medios de calentamiento, para obtener una masa resinosa fundida (resina fundida). La temperatura de la resina fundida estará usualmente en el margen de aproximadamente 90°C a aproximadamente 160°C. Si han de mezclarse diluyentes de bajo punto de fusión con la colofonia enriquecida, la temperatura de fusión de la mezcla podría ser inferior a 90°C.

25 A la resina fundida se añade una solución del agente de dispersión en agua, agitando continuamente la

masa fundida de resina, para formar una emulsión en la cual el agua es la fase dispersada y la resina fundida es la fase continua. La cantidad de agente de dispersión en la solución acuosa será la suficiente para proporcionar entre aproximadamente 1% y aproximadamente 10%, preferiblemente entre aproximadamente 2% y aproximadamente 8%, en peso, de agente de dispersión, con relación a la resina fundida. La cantidad de agua empleada en esta etapa es la cantidad suficiente para proporcionar una emulsión como se ha descrito anteriormente, que tiene un contenido de sólidos total comprendido entre aproximadamente un 70% y un 86% en peso, dependiendo del agente de dispersión particular utilizado y de su concentración.

Subsiguientemente, se añade con vigorosa agitación, agua caliente adicional (agua de inversión) a una temperatura de unos 70°C y más alta si se desea. Para una proporción de agua a resina de aproximadamente 30:70, la emulsión se invierte, resultando el agua la fase continua y resultando la resina la fase dispersada. Al enfriar la resina solidifica y se obtiene una dispersión acuosa de partículas de resina finamente divididas. Las partículas de resina serán partículas de colofonia enriquecida o partículas de mezcla de colofonia enriquecida, como se ha descrito anteriormente. La dispersión acuosa puede diluirse hasta un contenido de sólidos menor, si se

desea, mediante la adición de agua.

Se ha determinado que las dispersiones de esta invención poseen una buena estabilidad a un pH comprendido entre aproximadamente 3,0 y aproximadamente 5,5.

5 El ajuste del pH puede efectuarse mediante la adición de un álcali, preferiblemente hidróxido sódico, al agua de inversión o a la solución acuosa del agente de dispersión en una cantidad que lleve la dispersión acuosa al pH deseado.

10 Los expertos en la técnica comprenderán que el procedimiento de esta invención puede ser realizado en un recipiente abierto a la presión atmosférica, o en un recipiente cerrado a una presión inferior a la atmosférica.

15 Como se ha expuesto anteriormente, la temperatura inicial de la resina fundida (colofonia enriquecida o mezcla de colofonia enriquecida) estará en el margen de aproximadamente 90°C y aproximadamente 160°C. Si el procedimiento se realiza a la presión atmosférica y la temperatura inicial de la resina es superior a los 100°C, 20 descenderá la temperatura al añadir la solución acuosa del agente de dispersión, debido a una evaporación parcial del agua. Si la preparación se realiza en un recipiente cerrado bajo una presión de vapor de agua, de tal modo que se retarda la evaporación del agua, la tempera- 25

tura puede mantenerse a un nivel superior a los 100°C. La velocidad de adición de la solución acuosa de agente de dispersión y del agua de inversión, y el grado de agitación, pueden variar a lo largo de un amplio margen y se deja a la opinión del técnico en la materia. Sin embargo, la velocidad de adición del agua de inversión y el grado de agitación, se aceleran normalmente en el punto de inversión, para asegurar una inversión rápida y completa a la dispersión de resina en agua. La temperatura en el punto de inversión está en el margen de aproximadamente 70°C a aproximadamente 150°C y, preferiblemente, de aproximadamente 90°C a aproximadamente 130°C.

El procedimiento puede realizarse también en dos etapas, alimentando a un mezclador la resina fundida y la solución del agente de dispersión en agua caliente, para proporcionar la dispersión de agua en resina. Subsiguientemente, la dispersión de agua en resina y el agua caliente de inversión se alimentan, en corrientes separadas, a un segundo mezclador mantenido a una temperatura entre aproximadamente 70°C y 150°C, en el cual tiene lugar la inversión. La dispersión acuosa resultante se recupera seguidamente desde el segundo mezclador.

Las dispersiones estables de resina en agua se preparan por el procedimiento de esta invención. Las

partículas que comprenden la fase dispersada son relativamente pequeñas, no siendo mayores de aproximadamente 0,4 micras más del 10% aproximadamente de las partículas.

Ejemplo A

5 Este ejemplo ilustra la preparación de colofonia enriquecida con ácido fumárico. Se formó un producto de adición de ácido fumárico, 8 partes, a una temperatura de unos 200°C, con colofonia de aceite de tall, 92 partes. El ácido fumárico se disuelve en la colofonia fundida y reacciona con ella para proporcionar colofonia enriquecida con ácido fumárico. Después de que ha reaccionado con la colofonia sustancialmente todo el ácido fumárico, se enfrió la colofonia enriquecida hasta la temperatura ambiente (aproximadamente 23°C).

10 Los siguientes ejemplos ilustran la preparación de dispersiones de colofonia enriquecida de acuerdo con esta invención. Todas las partes y porcentajes son en peso a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplo 1.

20 En un recipiente de acero inoxidable provisto de placas deflectoras, se fundió y calentó a 145°C, colofonia enriquecida con ácido fumárico preparada como en el ejemplo A. (100 partes). A la colofonia enriqueci-

25

5 da fundida y agitada se añadieron, a lo largo de un período de 5 minutos, aproximadamente 21 partes de una solución de dispersante aerosol A 103 al 23,3% en agua destilada, que había sido calentada a 95°C. El dispersante aerosol A 103 es la sal disódica del hemiéster del ácido sulfosuccínico y nonilfenol etoxilado (9,5 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol). Durante la adición de la solución tensioactiva se evaporó una considerable cantidad de aire. La temperatura de la mezcla era de 10 95°C, una vez completada esta adición. Se añadió agua caliente adicional, a 90°C (20 partes) a la mezcla agitada, para obtener una emulsión de agua en resina, de color blanco crema, y flúida, de un contenido de sólidos de aproximadamente un 80%. Seguidamente se añadieron 15 partes de agua caliente a 90°C, agitando vigorosamente, durante un período de 1 minuto, para invertir la emulsión a una emulsión de resina en agua, la cual se enfrió rápidamente a 30°C. La dispersión acuosa resultante tenía un contenido de sólidos del 51,4%, tenía un aspecto blanco azulado, pasaba completamente a través de un tamiz de 20 malla 100, y tenía una excelente estabilidad al almacenamiento. El producto tiene utilidad como cola para papel.

#### Ejemplo 2

25

El aparato empleado en este ejemplo consis-

tía en tres bombas de precisión, dos mezcladores en serie, dos recipientes a presión, elementos auxiliares para el control de la presión, y tuberías calentadas que conectaban estas unidades. Colofonia de aceite de tall enriquecida con ácido fumárico, preparada de acuerdo con el ejemplo A, se calentó a unos 140°C y se bombeó al interior del primer mezclador, el cual estaba mantenido a 125°C, a una velocidad de 4,12 partes por minuto, en el cual aquella se mezcló con una solución al 11,8% de agente dispersante aerosol A 103 en agua destilada, calentada a 80°C., la cual estaba siendo bombeada a dicho primer mezclador a una velocidad de 1,66 partes por minuto, para proporcionar una emulsión de agua en resina que tenía un contenido de sólidos del 70%. Esta emulsión se bombeó al segundo mezclador, mantenido a 105°C, en el cual fue mezclada con agua destilada calentada a 90°C, la cual estaba siendo bombeada a dicho segundo mezclador a una velocidad de 3,5 partes por minuto. Se formó una emulsión de resina en agua, que tenía un contenido de sólidos del 45%, la cual se enfrió a continuación rápidamente hasta menos de 50°C.

#### Ejemplo B

Se preparó colofonia de aceite de tall enriquecida con ácido fumárico, como en el Ejemplo A, a ex-

5 cepción de que se emplearon aproximadamente 7,5 partes de ácido fumárico y 92,5 partes de colofonia de aceite de tall. La colofonia de aceite de tall enriquecida con ácido fumárico tenía un índice de acidez de 215 y un contenido de ácido fumárico combinado de un 7% aproximadamente.

### Ejemplo 3

10 En un recipiente de acero inoxidable, provisto de placas deflectoras, se fundió y calentó a 134°C, colofonia enriquecida con ácido fumárico del ejemplo B (200 partes). A la colofonia enriquecida, fundida y agitada, se añadieron, a lo largo de un período de 5 minutos, 40 partes de una solución de dispersante aerosol A  
15 103 al 20% en agua destilada, que había sido calentada a 95°C. Durante la adición de la solución tensioactiva se evaporó una considerable cantidad de agua. La temperatura de la mezcla, una vez completada esta adición, era de 106°C. A la mezcla agitada se añadió agua caliente adicional,  
20 a 90°C, (80 partes) para dar una emulsión de agua en resina, de color blanco crema, flúida, de un contenido de sólidos de aproximadamente un 80%. Seguidamente, se añadieron añadiendo vigorosamente, a lo largo de un período de un minuto, 180 partes de agua caliente a 90°C, para  
25 invertir la emulsión a una emulsión de resina en agua,

la cual se enfrió rápidamente a 30°C. La dispersión acuosa resultante tenía un contenido de sólidos del 45,9%.

5 La dispersión del Ejemplo 3 se utilizó para el encolado superficial de hojas de papel sin encolar, producidas con un 50% de pastas kraft de madera resinosa, blanqueada y un 50% de pastas kraft de madera de frondosa, blanqueada, hasta un índice de desgote 500 según las normas Canadian Standard. Las hojas de papel se prepararon en una máquina papelera piloto, a un pH 4,5, con una

10 adición de 2,5 % de alumbre. Después de aplicar la dispersión a la superficie, las hojas se secaron en tambor y se envejecieron durante 24 horas antes del ensayo. Se aplicaron tres proporciones de cola, como se muestra en la Tabla I siguiente. Los ensayos de encolado Hercules mostraron buenos resultados de encolado. Estos datos se exponen en la Tabla I.

15

TABLA I

20

<u>Porcentaje de cola aplicado (con relación al peso en seco del papel)</u>	<u>Ensayo de encolado Hercules Segundos</u>
0,07	41
0,14	147
0,28	290

25 Ha de entenderse que la descripción anterior, incluidos los ejemplos, es ilustrativa de la inven-

ción y no para limitarla.

5

10

15

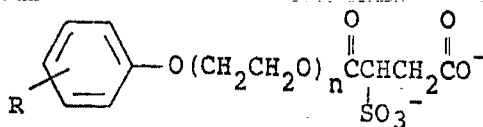
20

25

REIVINDICACIONES

5                    1a.- Un procedimiento de inversión mejorado  
 para la preparación de cola para papel a partir de colofonia  
 enriquecida, en el que colofonia enriquecida y fundida  
 y agua que contiene un agente de dispersión, se mez-  
 10                    clan primeramente para proporcionar una emulsión, en la  
 que la colofonia enriquecida y fundida es la fase conti-  
 nua, y el agua es la fase dispersada, y la emulsión es in-  
 vertida subsiguientemente mediante la adición de agua,  
 para proporcionar una emulsión, en la que el agua es la  
 fase continua y la colofonia enriquecida es la fase dis-  
 15                    persada, en el que la mejora comprende emplear como agen-  
 te de dispersión, uno o más compuestos solubles en agua,  
 que proporcionan, en solución, uno o más aniones de la  
 fórmula

20



25

en la que R es un alcohol de cadena normal o ramificada,  
 que contiene de 4 a 18 átomos de carbono, y n es un ente-  
 ro de 4 a 25.

2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el cual el anión deriva de un compuesto soluble en agua, que contiene el anión y cualquier catión adecuado que permita la disolución sustancial del compuesto en agua.

3ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el cual, en el anión, R es nonilo y n es un valor medio de 9,5.

4ª.- El procedimiento de la reivindicación 2ª, en el cual el catión está seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio y amonio.

5ª.- El procedimiento de la reivindicación 3ª, en el cual el catión está seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio y amonio.

6ª.- Un procedimiento de inversión mejorado para la preparación de cola para papel a partir de colofonia enriquecida.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 24. ABR. 1978

P.A.

Alberio de Eizaburo  
Por Poder,

