



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	A1
	21	483.786	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		31-8-79	

CADUCADO

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 28 38 270.9	1 de septiembre de 1.978	República Federal Alemana
P 28 56 858.3	30 de diciembre de 1.978	" " "

43 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D21H 3/12, D21H 3/48	

54 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN AGENTE PARA EL ENCOLADO DE PAPEL

71 SOLICITANTE (S)

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)

Wulf von Bonin., Friedhelm Müller., Heinz Bäumgen y Karl Leiritz.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO

La presente invención se refiere a agentes de encolado para papeles en forma de preparados acuosos de productos de cuaternización especiales de amidas de ácidos grasos básicos, que se derivan de ácidos grasos con puntos de fusión superiores a 30°C y polialquilenpoliaminas y/o mezclas industriales de las mismas.

Las así llamadas colas de resina basadas en ácido abiético se emplean normalmente como agentes encoladores de la pulpa para el papel. Sin embargo, como estos agentes encoladores no son totalmente satisfactorios, por ejemplo, debido a que exigen alumbre como aditivo, se han desarrollado otros agentes encoladores de la pulpa que no exigen la adición de alumbre, tales como por ejemplo anhídridos de ácidos grasos o bien cetenos, isocianatos o derivados de clorocarbonilo de ácidos grasos. Las desventajas comunes en todos estos agentes de encolado conocidos es que son difíciles de emulsionar, que en la mayoría de los casos se han de emplear aditivos catiónicos para obtener un encolado satisfactorio y que, adicionalmente, solo se pueden almacenar durante períodos de tiempo limitados en emulsión acuosa a temperatura ambiente debido a que los grupos ceteno, anhídrido o isocianato son sensibles al agua. También se pueden emplear como agentes de encolado de la pulpa el ácido esteárico o los productos de reacción de aminas alifáticas con anhídrido maléico, pero estos solo son eficaces en grandes cantidades o bien exigen la adición de alumbre.

Según la publicación alemana DE-OS 1.771.243, se pueden emplear también como agentes de encolado de la pulpa los productos de reacción de ácidos grasos polímeros y poliaminas si se hacen reaccionar con una cantidad exactamente definida de epíclorohidrina. Sin embargo, estas sustancias tienen

sin embargo un efecto encolador débilmente desarrollado siendo, sin embargo, eminentemente adecuados para el encolado de superficies.

5 Se ha descubierto ahora que las amidas conteniendo en promedio dos ulteriores grupos amino básicos de alquilaminas oligómeras con más de 2 átomos de nitrógeno y los ácidos C₁₀-C₂₆-grasos, en especial los ácidos C₁₂-C₁₈-grasos, que son sólidos a temperatura ambiente, tales como el ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico y preferentemente el 10 ácido esteárico, en forma de sus productos de cuaternización obtenidos en presencia de agua, con (calculado sobre los grupos amino en la amida) 0,5 a 2 equivalentes de epíclorhidrina, son eminentemente adecuados para su empleo como agentes encoladores de la pulpa, particularmente cuando a sus preparados 15 acuosos se agregan un 0,05 hasta 5% en peso (referido a los sólidos) de un electrolito. Se pueden emplear en forma de soluciones acuosas, suspensiones o emulsiones, en caso dado en mezcla con otros agentes encoladores.

20 Se ha descubierto que los correspondientes compuestos de amida, por ejemplo, al emplear ácido esteárico que funde aproximadamente a 69°C, conducen a un agente de encolado de pulpa eficaz, mientras los compuestos análogos obtenidos con, por ejemplo, ácido oléico, que es líquido a temperatura ambiente, solo son inadecuadamente eficaces.

25 Objeto de una proposición anterior (solicitud de patente alemana P 28 19 139.8) son agentes de encolado para papeles en forma de un preparado de sales y/o productos de cuaternización de amidas de ácidos grasos básicos que se derivan de ácidos grasos con puntos de fusión superiores a 30°C.

30 La presente invención representa una mejora

considerable sobre estas proposiciones anteriores debido a que la cuaternización conforme a la presente invención de productos de reacción en promedio dibásicos de ácidos grasos cristalinos con poliaminas lineales de fórmula general $H_2N-(R'NH)_n-RNH_2$ y/o mezclas industriales de las mismas en presencia de agua con cantidades aproximadamente estequiométricas de epíclorohidrina conduce sorprendentemente a productos que tienen una eficacia claramente mejorada, es decir, que se alcanza un efecto encolador bueno con cantidades considerablemente menores de aminas de cadena recta. Además, el empleo de las mezclas industriales de las aminas tienen la ventaja de que se pueden suprimir los costosos procesos de separación para preparar las aminas lineales duras. Otra ventaja consiste en la posibilidad que ofrece la presente invención de emplear aditivos de electrolito, que, sorprendentemente, conduce a una reducción considerable de la viscosidad de los preparados de agente de encolado acuosos, sin pérdida significativa de la actividad, produciendo por lo tanto una manipulación mejorada bajo concentraciones dadas.

El objeto de la presente invención son por lo tanto, agentes para el encolado de papel compuestos de un preparado acuoso de amidas de ácidos grasos básicos cuaternizados que se caracterizan porque se emplean amidas en promedio dibásicas de ácidos grasos con puntos de fusión superiores a $30^{\circ}C$ y aminas correspondientes a la fórmula general



y/o mezclas industriales de las mismas, donde R y R' son iguales o diferentes y cada uno representa un resto alquileo conteniendo 2 ó 3 átomos de carbono, y n tiene un valor de 1 a 6, y las aminas industriales pueden contener hasta un 80% en

peso de sustancias acompañantes consistentes esencialmente de aminas ciclicas y/o ramificadas con el margen de ebullición industrial aproximadamente igual, tales como por ejemplo terc.-aminoalquilaminas o aminoalquillpiperazinas, las amidas se cuaternizan con aproximadamente 0,5 hasta 2 equivalentes de epíclororhidrina, (referido a los grupos amino en la amida básica) en presencia de agua, en caso dado seguido de diluición con más agua a la concentración de sólidos deseada.

Las sustancias acompañantes antes mencionadas de las aminas industriales contienen adicionalmente en menores cantidades productos secundarios no identificados que, sin embargo, no perjudican la producción ni la eficacia de los agentes encoladores según la presente invención.

Otro aspecto de la presente invención consiste en que a la preparación de agentes de encolado acuosa se les agrega un 0,05 hasta 5% en peso (referido a los sólidos) de un electrolito.

Adecuados como bases de ácidos grasos son los ácidos grasos o las mezclas de ácidos grasos, conteniendo cada ácido graso de 10 a 26 y preferentemente de 12 a 18 átomos de carbono y teniendo puntos de fusión superiores a 30°C. Tienen especial preferencia el ácido esteárico o las mezclas de ácidos grasos conteniendo ácido esteárico. Sin embargo, también es posible emplear otros ácidos grasos, tales como, por ejemplo, ácidos sebáico, ácidos cocinico, ácido palmitico, ácido abiético, ácido aráquico y ácido behénico, ácido oléico hidrogenado u otros ácidos grasos que se obtienen por oxosíntesis o procesos similares.

Aminas o mezclas de aminas industriales adecuadas para la obtención de las amidas de ácido graso básicas

son, preferentemente, las polietilenpoliaminas, por ejemplo, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina y pentaetilenhexamina. También son adecuadas las correspondientes propilenaminas. De especial interés es la trietilentetramina industrial.

Los productos secundarios que se presentan debido a sus propiedades de ebullición similares en las polietilenpoliaminas industriales son, por ejemplo, aminoetilpiperazina, trisaminoetilamina, N,N'-bis-aminoetilpiperazina, N-aminoetilpiperazinas aminoetiladas en forma de los distintos isómeros y un número de otras impurezas no identificadas, la mayoría de las mismas en cantidades inferiores a un 10% en peso. La cantidad de compuestos de cadena recta según la fórmula deberá ser como mínimo de un 20% en peso y, preferentemente superior a un 40% en peso. También se pueden emplear en el proceso mezclas de polialquilenpoliaminas industriales con distintos márgenes de ebullición.

Para la transformación en productos de cuaternización se emplea la epiclorohidrina en cantidades de 0,5-2 equivalentes, y, preferentemente, en cantidades de 0,5 a 1,5 equivalentes, referido a los grupos amino contenidos en la amida básica. Si bien es posible el empleo de mayores cantidades de epiclorohidrina, esto no produce ningún incremento significativo en el efecto.

Otros agentes de cuaternización, tales como dimetilsulfato, dietilsulfato, propansulfona, cloruro bencílico, óxidos alquilénicos o cloroacetamida pueden también tenerse en consideración, siendo, sin embargo, de menor importancia.

Referido a la cantidad de amina empleada los ácidos grasos necesarios para la obtención de la etapa pre-

via amida para el agente de encolado según la presente invención se emplean en cantidades tales de manera que la amida básica resultante contenga en promedio unos dos grupos amino básicos por molécula, es decir, por ejemplo, aproximadamente 2 moles de ácido esteárico se pueden reaccionar por mol de trietilentetramina.

La obtención de las amidas básicas se puede efectuar según distintos métodos conocidos por el especialista, por ejemplo, mediante calentamiento de cantidades estequiométricamente calculadas de ácido esteárico y aminas a 180°C hasta 220°C, en caso dado bajo una atmósfera de nitrógeno, y separando lentamente por destilación el agua que se forma durante la formación de la amida. Los índices de acidez del producto de amida deberán encontrarse por debajo de 20 y, preferentemente, por debajo de 5. Después de enfriar a un margen de temperatura adecuado, por ejemplo, en las proximidades de los puntos de fusión de las amidas que normalmente se encuentra entre unos 60°C y 130°C, la fusión de las amidas básicas formadas se puede reaccionar en agua con el agente de cuaternización y, después de un período de reacción de unas 0,5 a 10 horas, se transforma, preferentemente mientras aún está caliente, en caso dado, bajo adición de una ulterior cantidad de agua, en una suspensión o emulsión al 5 hasta 40% en peso, preferentemente a 10 hasta 25% en peso, después de agitar durante otras 0,1 hasta 10 horas a 60 hasta 130°C.

Esto se realiza generalmente mediante simple agitación, pero en algunos casos puede ser deseable la ayuda del dispositivos de emulsión mecánicos.

En una variante del procedimiento para la obtención de agentes de encolado según la presente invención a la

amida básica fundida se le agrega, antes de la primera admisión de agua, una pequeña cantidad del agente cuaternizador, es decir, menos de un 50% en peso de la cantidad total de epíclorohidrina necesaria. De esta manera se prepara in situ un emulsionante que permite que el agua agregada inmediatamente antes de la reacción de cuaternización principal se distribuya más uniformemente a través del medio de reacción.

Ha demostrado ser conveniente si la cantidad de agua presente en la reacción de cuaternización es inferior a la cantidad de agua contenida más adelante en el preparado de agente de encolado acuoso, ya que la graduación de la concentración del agente de encolado deseada se puede combinar óptimamente con la adición del electrolito. En muchos casos ha demostrado ser suficiente y ventajoso agregar primeramente sólo aproximadamente un 100-900 % en peso, referido a la cantidad de la amida básica empleada, de agua durante la cuaternización. Sin la adición de agua se obtienen, sin embargo, sorprendentemente unos productos finales con actividad más reducida.

Con unos contenidos en sólidos superiores a un 10% en peso, tienen los preparados de agentes de encolado acuoso descritos frecuentemente una consistencia pastosa que puede conducir a problemas de manipulación. Según la presente invención se le pueden agregar a los preparados un 0,05 - 5, preferentemente 0,1 - 1% en peso, referido a los sólidos, de un electrolito. Esto se realiza convenientemente en la última etapa de dilución del preparado del agente de encolado disolviendo la cantidad de electrolito necesaria en el agua que se ha de emplear para la dilución final y agregando el electrolito de esta manera. Si bien es posible agregar el electrolito al principio o durante la primera o segunda adición de agua, ha de-

mostrado ser más eficaz incorporar el electrolito lo más cerca posible del final del proceso de diluición. Los preparados obtenidos de esta manera tienen un carácter líquido con contenidos en sólidos superiores a un 10% y no se espesan a continuación.

5 Adicionalmente a las sales orgánicas, tales como como formiatos, acetatos, benzoatos, fosfonatos o sulfonatos amónicos o alcalinos son electrolitos adecuados, preferentemente, las sales inorgánicas tales como cloruro amónico, cloruro potásico, cloruro cálcico, cloruro de zinc, cloruro de
10 aluminio o, especialmente cloruro sódico, si bien en principio también son adecuados los cloruros solubles, nitratos, sulfatos, fosfatos y carbonatos de otros elementos y los ácidos o bases de los mismos. En muchos casos ya el agua de la red dura o que contenga minerales tiene efectos de electrolito adecuados.

15 Los preparados acuosos de los agentes de encolado obtenidos de esta manera están listos para su uso y tienen concentraciones de sólidos de un 5 hasta 40% en peso y, preferentemente, de un 10 hasta 25% en peso. Estos preparados se
20 siguen diluyendo mediante su aplicación a las concentraciones en onces necesarias, por ejemplo, a concentraciones inferiores a un 0,5% en peso tal y como son usuales para el encolado del papel.

25 Los agentes de encolado según la presente invención tienen la ventaja de que se pueden almacenar indefinidamente en forma de sus preparados acuosos sin pérdida significativa de actividad y no precisan de ninguna adición de alumbre o de un agente auxiliar catiónico o aniónico.

30 Sin embargo, tales adiciones son posibles y pueden muy bien tenerse en cuenta, por ejemplo, la adición de agentes auxiliares a base de fécula catiónica, poliamidas cua-

ternizadas, poliamida-aminas cuaternizadas, resinas de formaldehído básicas cuaternizadas, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, ácidos ligninsulfónicos, almidones y polisacáridos de distintos orígenes, pululano, chitosano, polímeros o copolímeros de ácido (met)acrilico, ácido maléico, ácido fumárico y ácido itacóico u otros polímeros o copolímeros conteniendo grupos ácido carboxílico o ácido sulfónico, en caso dado presentes en forma de sal, colágenos, gelatina, alginatos y caragenatos.

Su eficacia no es aceptada sino más bien mejorada por los blanqueadores o los colorantes catiónicos o, especialmente, aniónicos y, además, los preparados acuosos se pueden obtener sin la ayuda de emulsionantes.

Los agentes de encolado según la presente invención se pueden emplear solos o en combinación con otros agentes de encolado especialmente bien para el encolado de papel, pero naturalmente también se pueden utilizar para el encolado superficial. Se pueden emplear no solo para el papel conteniendo creta o conteniendo caolina, sino que también en aquellos que no contienen ningún material de relleno y otro tipo de material de relleno, tal como por ejemplo talco o yeso. Asimismo son adecuados para el encolado de materiales celulósicos, tales como cartulina, materiales textiles, cartón o placas de viruta de madera o bien placas de aislamiento o cuero. La presente invención se ilustra a continuación mediante los ejemplos siguientes donde las partes y los porcentajes indicados se refieren al peso siempre que no se señale otra cosa.

EJEMPLO 1.- (Ejemplo comparativo):

Se prepara un agente de encolado conforme a la proposición más antigua mencionada en la descripción (solicitud de patente alemana P 28 19 139.8).

Agente de encolado 2.-

146 partes de trietilentetramina y 569 partes de ácido esteárico se calientan bajo reflujo durante 5 horas a 180°C bajo una atmósfera de nitrógeno. Después se separan ba o buena agitación por destilación todas las fracciones volátiles a esa temperatura. Se deja enfriar a 95°C, se agrega una solución de 90 partes de ácido acético en 5210 partes de agua que se ha calentado previamente a unos 90°C, bajo buena agitación a la amida básica formada. Se forma una emulsión que se enfria bajo agitación. Esta se puede emplear directamente como agente de encolado. Su contenido en sólidos asciende aproximadamente a un 10%.

EJEMPLO 2.-

Preparación de la amida básica:

170 partes de ácido esteárico se funden y se agitan con 43,8 partes de trietilentetramina (proporción molar aproximadamente 2:1). La temperatura se eleva entonces bajo atmósfera de nitrógeno a 190°C y todas las fracciones volátiles se separan por destilación. Después de 6 horas se ha alcanzado un índice de acidez de 1,9. El margen de fusión de la amida obtenida se encuentra entre 87 y 107°C.

Preparación del agente de encolado A:

480 partes de la amida básica preparada más arriba se funden a 120°C y después se agitan junto con 240 partes de agua obteniéndose bajo débil reflujo una mezcla pastosa. Después se agitan lo más rápidamente posible 86,4 partes de epiclorohidrina (aproximadamente 0,67 moles/ grupo amino) y se sigue agitando durante una hora bajo ligero reflujo. Después se agregan 1080 partes de agua y se sigue agitando durante otra hora bajo ligero reflujo. La pasta obtenida se deja enfriar entonces a unos 50° C y se agrega entonces una solución

de 5,6 partes de NaCl (0,5%, referido a los sólidos) en 967 partes de agua. Se obtienen una emulsión aproximadamente al 20% que es líquida a temperatura ambiente y se puede emplear como agente de encolado.

5 EJEMPLO 3.-

Agente de encolado B.

201 partes de la amida básica preparada según el procedimiento expuesto en el ejemplo 2 se agitan durante 30 minutos a 120°C con 3,7 partes de epíclorohidrina. Se agregan entonces 1252 partes de agua que se ha precalentado a aproximadamente 95°C, seguido de la adición de 32,3 partes de epíclorohidrina. La agitación durante 1,5 horas bajo ligero reflujo da una emulsión espesa que tiene un contenido en sólidos de un 16% y que entonces se enfría a unos 30°C. Para obtener una emulsión líquida, la emulsión espesa así obtenida se diluye a un contenido en sólidos de un 15% con una solución de 2,3 partes de NaCl en 92 partes de agua. La emulsión se puede emplear entonces como agente de encolado.

15 EJEMPLO 4.-

20 Agente de encolado C.-

201,6 partes de la amida básica preparada según el procedimiento expuesto en el ejemplo 2 se agitan durante 30 minutos a 120°C con 3,7 partes de epíclorohidrina. Se agregan 70 partes de agua y después 32,3 partes de epíclorohidrina y se agita durante una hora a 100°C - 120°C. Se agregan entonces 1182 partes de agua que se han precalentado aproximadamente a 95°C, después de lo cual la emulsión formada se agita bajo ligero reflujo durante aproximadamente una hora. Después de enfriar aproximadamente 40°C se le agrega a la emulsión pastosa una solución de 1,2 partes de NaCl en 92 partes de agua

obteniéndose un preparado de agente de encolado líquido que tiene un contenido en sólidos de aproximadamente un 15%.

El criterio usado para enjuiciar el agente de encolado es la así llamada muestra de flotación de tinta.

5 En este ensayo una tira de papel aprestada con el agente a comprobar se coloca sobre la superficie de una bandeja llena con tinta standard según DIN 53.126 y se determina el tiempo que transcurre hasta que la tinta ha penetrado a través del papel hacia el lado que está dirigido hacia el observador. Este
10 ensayo suministra en una realización standardizada una posibilidad de enjuiciamiento muy buena para los distintos agentes de encolado.

En comparación con los agentes de encolado reactivos convencionales los agentes de encolado según la presente invención se pueden almacenar casi ilimitadamente en
15 forma de preparados acuosos y son por lo tanto industrialmente ventajosos. La comparación con cola de resina (agente de encolado 1) muestra como ulterior ventaja industrial de los agentes de encolado de la presente invención su buena eficacia.

20 Otra ventaja más esencial resulta en que los agentes de encolado sobre papeles libres de alumbre y que contienen creta y en caso dado blanqueador, sobre los cuales tiene poca eficacia la cola de resina, éstos desarrollan una buena eficacia. Los agentes de encolado de la presente invención se comprueban por
25 lo tanto también por ejemplo sobre papel libre de alumbre conteniendo creta.

En 200 cc de agua de la red se suspenden 5 g de una mezcla de 50 g de pulpa de sulfito de pino, 50 g de pulpa de sulfato de haya y 25 g de creta. Después se introducen
30 y agitan x % del agente de encolado (contenido en sólidos, basado

en la pulpa más material de relleno. La suspensión se completa entonces sin adición de agentes de fijación con agua a aproximadamente 1 litro y sobre una formadora de hojas se produce una hoja de papel. La hoja de papel así preparada se filtra por succión, se prensa y se seca durante 5 minutos a 100°C en un cilindro secador. De la hoja se cortan tiras de (2 cm x 6cm) para el ensayo de flotación de tinta.

Se hallaron los tiempos de flotación de tinta mencionados en la tabla a continuación. Como comparación sirvió un papel de ensayo conteniendo alumbre, aprestado con cola de resina comercial:

TABLA 1

Ejemplo N°.	5	6	7	8	9	10	11
Comparación	xx	xx	xx	00			
Agente de encolado	1	1	1	2	A	B	C
Cantidad empleada (%)	1	0,5	0,3	0,65	0,40	0,50	0,40
Tiempo (mins)	20	9	2	15	15	15	15

Los resultados del ensayo de flotación de tinta reflejan claramente el mejor efecto encolador de los agentes encoladores según la presente invención sobre papel conteniendo creta.

EJEMPLO 12.-

El ensayo se efectúa en igual forma como en el ejemplo 11 excepto que el papel empleado contiene caolina en lugar de creta. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 10 minutos.

EJEMPLO 13.-

El ensayo se realiza en igual forma como en

el ejemplo 9, excepto que el papel contiene talco en lugar de creta. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 12 minutos.

EJEMPLO 14.-

5 La comprobación se efectúa en igual forma como en el ejemplo 10, excepto que el papel contiene pulpa de madera mecánica en lugar de pulpa de sulfato de haya. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 11 minutos.

EJEMPLO 15.- (Ejemplo comparativo).

10 Se prepara una amida básica en igual forma como expuesto en el ejemplo 2, excepto que la proporción molar entre ácido esteárico y amina asciende a 3:1.

15 El procesamiento esta amida en igual forma como para la producción de los agentes de encolado A, B ó C conduce a emulsiones que, cuando se emplean en cantidades inferiores a un 1% conforme a los ejemplos 5 a 11, dan unos tiempos de flotación de tinta inferiores a 2 minutos y se han de considerar como inadecuados.

EJEMPLO 16.-

20 Una mezcla de 710 partes de ácido esteárico y 189 partes de tetraetilenpentamina (proporción molar aproximadamente 2,5:1) se hace reaccionar para obtener la mida conforme al procedimiento expuesto en el ejemplo 2. Índice de acidez: 3,8, margen de fusión: 65-66°C.

Agente de encolado D.-

25 240 partes de la amida de arriba se agitan durante una hora a aproximadamente 100°C con 120 partes de agua y 65 partes de epiclorohidrina (aproximadamente 1 mol/grupo amino). Se agregan entonces 593 partes de agua, y se continúa agitando durante otra hora bajo ligero reflujo. Se agregan 305
30 partes de agua y la mezcla se enfría bajo agitación a aproxima-

damente 45°C. Para preparar una emulsión líquida el producto se diluye entonces a un contenido en sólidos de aproximadamente un 18% con una solución de 1,5 partes de NaCl en 203 partes de agua. Esta emulsión se emplea como agente de encolado.

5 Un ensayo de encolado realizado conforme a los ejemplos 9 hasta 11 da un tiempo de flotación de tinta de 16 minutos para un 0,45% de agente de encolado.

Los ejemplos a continuación se realizaron con aminas industriales

10 Amina: Trietilentetramina industrial

	Constituyente lineal (%)	Constituyente ramificado (%)	Constituyente piperazina (%)	Otros constituyentes
E	46,6	24,2	26,0	Resto
F	67,0	12,7	8,7	"
15 G	70,4	14,4	9,0	"
H	73,4	10,9	7,3	"

Tetraetilenpentamina industrial

	Constituyente lineal (%)	Constituyente ramificado (%)	Constituyente piperazina (%)	Otros constituyentes
20 I	45,9	16,2	32,2	Resto

Dietilentriamina industrial

K	97,2	-	,17	"
---	------	---	-----	---

EJEMPLO 17.-

25 Según el ejemplo 2 y empleando la misma receta se prepara la amida básica de las aminas E a K. Las amidas, teniendo todas un índice de acidez inferior a 5, se siguen procesando de la manera siguiente:

30 201,6 partes de la amida se funden a 120°C y después se agitan con 1252 partes de agua caliente bajo enfriamiento a 80°C. Se agregan a la suspensión resultante a 80°C

36 partes de epíclorohidrina y se agita durante dos horas a 80°C formándose asíq una suspensión de partículas finas.

La temperatura se reduce a 40°C y se agrega una solución de 1,15 partes de NaCl en 92 partes de agua al material pastoso bajo agitación. Se forma una suspensión líquida de partículas finas con un contenido en sólidos de aproximadamente un 15%, que se puede emplear como agente de encolado E a K. Se observaron los tiempos de flotación de tinta expuestos en la tabla a continuación. Como comparación se empleó un papel de ensayo conteniendo alúmina con cola de resina comercial (agente de encolado 1).

TABLA 2

Ejemplo No.	18	19	20	21	22	23	24	25
15 Comparación	xx	xx	xx					
Agente de encolado	1	1	1	E	F	G	H	I
Cantidad empleada (%)	1	0,5	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
20 Tiempo (mins)	20	9	2	15	16	18	18	15

Los resultados de la flotación de tinta demuestran claramente el mejor efecto encolador sobre papel que contengaa creta de los agentes encoladores según la presente invención preparados con las mezclas de aminas industriales.

EJEMPLO 26.-

El ensayo se efectua en igual forma a como se ha expuesto en el ejemplo 24, excepto que el papel empleado contiene caolina en lugar de creta. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 12 minutos.

EJEMPLO 27.-

El ensayo se efectua en igual forma como en el ejemplo 23 excepto que el papel contiene talco en lugar de creta. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 12 minutos.

5 EJEMPLO 28.-

El ensayo se efectua en igual forma como en el ejemplo 24, excepto que el papel contiene pu a de madera mecánica en lugar de pulpa de sulfato de haya. Se mide un tiempo de flotación de tinta de 11 minutos.

10 EJEMPLO 29.-

994 partes de ácido esteárico (3,5 moles) se hacen reaccionar con 206 partes de dietilentriamina industrial (aproximadamente 2 moles) bajo una atmósfera de nitrógeno durante 6 horas a 200°C bajo agitación y separación por 15 destilación del agua que se forma durante la reacción. Se obtienen unas 1115 partes de amida con un margen de fusión de 87 a 98°C y un índice de acidez de 1,5.

201,6 partes de la amida básica se calientan a 120°C, después se agregan 1250 partes de agua caliente con 20 una temperatura de 80°C y la mezcla se agita durante 30 minutos a 80°C. Después de agregar 36 partes de epiclorohidrina se realiza la cuaternización durante dos horas a 80°C. Después de enfriar a 35°C se agrega una solución de 1,15 partes de NaCl en 92 partes de agua. La emulsión líquida resultante se emplea 25 entonces como agente de encolado.

El ensayo de encolado se realiza según los ejemplos 21 a 25 y se observa un tiempo de flotación de tinta de 18,5 minutos.

30 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe

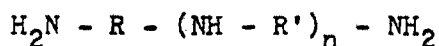
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de un agente para el encolado de papel, compuesto de un preparado acuoso de amidas de ácido graso básicas cuaternizadas, caracterizado porque se emplean amidas en promedio dibásicas de

5 a) un ácido graso o una mezcla de ácidos grasos teniendo puntos de fusión superiores a 30°C y

b) una o más aminas correspondientes a la fórmula general



10 y/o las mezclas industriales de las mismas, donde R y R' son iguales o diferentes y significan un resto alquileo con 2 ó 3 átomos de carbono y n tiene un valor de 1 - 6, y la mezcla industrial de las aminas pueden contener hasta un 80% en peso de sustancias acompañantes compuestas esencialmente

15 de aminas cíclicas y/o ramificadas con aproximadamente al mismo margen de punto de ebullición industrial,

las amidas se cuaternizan con 0,5 hasta 2 equivalentes de apiclorohidrina (referido a los grupos amino en la amida básica) en presencia de agua y entonces, en caso dado, se diluye con

20 más agua a una concentración de sólidos deseada.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al preparado de agente de encolado acuoso se le agregan un 0,05 hasta 5% en peso, referido al contenido de sólidos, de un electrolito.

25 3.- Procedimiento según la reivindicación 1

6.2, caracterizado porque como ácido graso o mezcla de ácido graso se emplea ácido esteárico o una mezcla de ácido graso conteniendo ácido esteárico.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1 a 3, caracterizado porque como amina se emplea una polietileno-poliamina.

10 5.- Procedimiento según la reivindicación 1 a 3, caracterizado porque como amina se emplean mezclas industriales de polietileno-poliaminas que, además de los constituyentes principales lineales, contienen también aminas ramificadas o cíclicas.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1 a 3, caracterizado porque como amina se emplea trietilentetramina industrial.

15 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque como electrolito se emplea cloruro sódico.

20 8.- Procedimiento para la obtención de un agente para el encolado de papel, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 10 NOV. 1979

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.
J. M. GOMEZ ACEBS Y POMEA
c. de Francisco J. Suarez Diaz