



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 484.237	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 18-9-79	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que en la presente descripción y en el contenido de la memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
P 28 40 650.0	19 de septiembre 1978	República Federal Alemana
P 29 28 984.7	18 de julio de 1979	República Federal Alemana

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL D21H 3/38, D21H 3/40	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVICIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN AGENTE DE ENCOLADO DE SUPERFICIES PARA PAPEL.

CADUCADO

(71) SOLICITANTE (ES)

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana

(72) INVENTOR (ES)

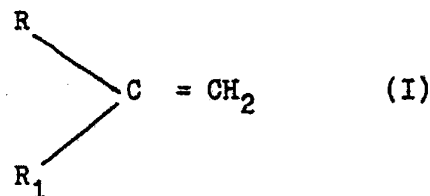
Günter Sackmann., Günter Kolb., Joachim Probst., Friedhelm Müller., Heinz Bäumgen.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

D. José Miguel Gómez-Acebo y Pombo.

La presente invención se refiere a agentes de encolado de superficies aniónicas para papel a base de copolímeros de anhídrido de ácido maléico-diisobutileno que, bajo las condiciones de procesamiento usuales tienen una mínima tendencia a la formación de espuma, así como un amplio espectro de aplicación según el papel empleado. Las publicaciones alemanas DE-OS 2.361.544 y 2.501.123 describen la producción y el uso de agentes de encolado de superficies para papel con excelentes propiedades. Los agentes de encolado en cuestión son soluciones acuosas o soluciones acuoso-alcohólicas de sales alcalinas, aminicas o amónicas de copolímeros sustancialmente equimolares obtenidos en solución o suspensión, de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno y en los cuales un 10 hasta 100 moles % de los grupos anhídrido pueden estar esterificados con alcoholes monohídricos alifáticos, lineales o ramificados, conteniendo 1 hasta 20 átomos de carbono, o con alcoholes monohídricos cicloalifáticos conteniendo 5 ó 6 átomos de carbono para formar los correspondientes semi-ésteres. Asimismo es conocidos (véase publicación alemana DE-OS 2.701.760) que a la copolimerización en solución o suspensión de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno se le puede agregar un monómero correspondiente a la fórmula general:



donde R significa $-\text{H}$, $-\text{CH}_3$, $-\text{C}_2\text{H}_5$, $-\text{OR}_2$, $-\text{OCOCH}_3$, $-\text{C}_6\text{H}_5$, $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2\text{OH}$ ó $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{COCH}_3$; R_1 significa $-\text{H}$, ó $-\text{CH}_3$; y R_2 significa un grupo alquilo, de cadena recta o ramificada, conteniendo uno hasta cuatro átomos de carbono o las

mezclas de estos monómeros entre sí, a la mezcla de polimerización poco antes o después de terminar la copolimerización en cantidades de 1 a 12 moles-%, referido al anhídrido de ácido maléico empleado, obteniéndose asimismo excelentes agentes de encolado de superficie aniónicos si con estos se preparan las soluciones acuosas o acuoso-alcohólicas de las sales de metal alcalino, de amina o de amonio, De 10 hasta 100 moles-% de los grupos anhídrido de estos copolímeros sustancialmente equimolares se pueden esterificar a los correspondientes semi-ésteres por reacción con alcoholes monohídricos alifáticos, lineales o ramificados, con 1 hasta 20 átomos de carbono o con alcoholes monohídricos cicloalifáticos con 5 hasta 6 átomos de carbono.

Si bien todos los agentes de encolado de superficie para papel preparadados según los procedimientos antes mencionados muestran sobre los papeles sin encolar o pre-encolados unas propiedades de encolado excelentes tienen sin embargo algunas desventajas en la técnica de aplicación, por ejemplo, la formación de espuma de estos productos que se presentan bajo determinadas condiciones de aplicación. Esto sucede, ante todo, cuando la flota de encolado, que además del agente de encolado puede contener hasta un 8% en peso de fécula, se prepara empleando agua dura. Además se puede observar también una tendencia más fuerte a la formación de espuma en la flota de encolado cuando la construcción de la prensa de encolado utilizada favorezca la entrada de burbujas de aire en la flota de encolado. Esto se puede originar, por ejemplo, por una altura de caída grande en el retorno de la prensa de encolado, el empleo de bombas centrifugas en lugar de bombas de émbolo para el transporte de la flota de encolado o también

por una forma de agitación desfavorable en el recipiente de trabajo. Además, el tipo de fécula empleado en la flota de encolado tiene un papel más o menos grande en el comportamiento formador de espuma de los agentes de encolado arriba mencionados. La espuma que se presenta en la flota de encolado y en la prensa de encolado repercuten desventajosamente en el proceso de fabricación de papel. Las partículas de espuma centrifugadas por la prensa de encolado pueden producir manchas en el papel y, en algunos casos, hasta rasgados en la banda de papel, por lo que, bajo circunstancias, se ha de interrumpir la producción.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a un agente de encolado de superficies para papel que empleado en las prensas de encolado de una máquina para papel muestra muy poca o ninguna tendencia a la formación de espuma y que, además, posee excelentes propiedades de encolado. Se ha descubierto que estos agentes de encolado del tipo en cuestión se pueden obtener por reacción de copolímeros de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno, o correspondientes terpolímeros con otros monómeros de vinilo, con aminas adecuadas para formar semi-amidas, y transformación de las semiamidas-resultantes en las correspondientes soluciones acuosas o acuoso-alcohólicas de sal de metal alcalino, de amina o de amonio.

Más particularmente, la presente invención se refiere a agentes de encolado de superficie para papel de baja formación de espuma en forma de soluciones acuosas o acuoso-alcohólicas de sal de metal alcalino, aminas o amonio de copolímeros conteniendo grupos semiamida de ácido carboxílico que, a su vez, se pueden obtener por reacción de copolímeros de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno y/o terpolímeros de anhídrido de ácido maléico, diisobutileno y monó-

mero de vinilo copolimerizando con anhídrido de ácido maléico correspondiente a la fórmula general (1) de arriba, con 5 hasta 50 moles % preferentemente de 15 a 40 moles %, calculado sobre los grupos de anhídrido de ácido maléico, de una monoamina primaria, alifática o aromática.

Los monómeros de vinilo correspondientes a la fórmula general (1) adecuados para la producción de los terpolímeros son, por ejemplo, isobutileno, estireno, α -metil-estireno, alcohol alílico, alcohol metalílico e isobutilvinil-éter.

En comparación con los agentes de encolado de papel conocidos por las publicaciones alemanas DE-OS no. 2.361.544; 2.501.123 y 2.701.760, los agentes de encolado de superficies según la presente invención muestran una menor tendencia hacia la formación de espuma y, adicionalmente, tienen un mayor margen de aplicación, según los tipos de papel a ser aprestados. Mientras los agentes de encolado arriba mencionados se emplean preferentemente para papeles sin aprestar o previamente aprestados conteniendo iones de aluminio, generalmente en forma de alumbre, los agentes de encolado de superficies según la presente invención tienen asimismo un muy buen efecto de apresto sobre los papeles que no contienen iones de aluminio. Este comportamiento es especialmente importante debido a que los agentes de encolado de superficies según la presente invención se pueden emplear asimismo para el aprestado de papeles que contienen creta como material de relleno, efectuándose el apresto en este caso generalmente a valores pH superiores a 7 y bajo ausencia de alumbre.

Generalmente se emplean en la práctica agentes de encolado de superficie catiónicos para los papeles que con-

tienen alumbre, papeles aniónicos y libres de alumbre así como para papeles que tienen creta como material de relleno. Debido a su característica especial se puede emplear el producto de la presente invención tanto en el terreno de aplicación de un agente de encolado aniónico como también de un agente de encolado catiónico. Contrario a los productos catiónicos tiene además la ventaja de que no influencia negativamente la eficacia de los blanqueadores ópticos presentes en el papel.

Como ejemplos de las aminas que se pueden emplear según la presente invención sean mencionadas la metilamina, etilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, isobutilamina, n-pentilamina, n-hexilamina, n-heptilamina, n-octilamina, ciclohexilamina y las anilinas. Con preferencia se emplean las aminas alifáticas sin ramificar, especialmente aquellas que contienen de 2 a 6 átomos de carbono. Sin embargo, también se pueden emplear las mezclas de estas aminas. La reacción de los copolímeros de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno o de los terpolímeros de anhídrido de ácido maléico, diisobutileno y monómero de vinilo con las monoaminas se efectúa en disolventes, tales como benceno, tolueno, xileno, acetona, metiletilcetona, dimetilformamida, tetrahidrofurano y dioxano. También se pueden emplear las mezclas de los disolventes empleados. La temperatura bajo la que se realiza esta semi-amidación se efectúa a unos 20 hasta 120°C, preferentemente entre 30 y 100°C. El tiempo de reacción se encuentra entre 1 y 24 horas preferentemente entre 2 y 8 horas. Naturalmente también es posible copolimerizar directamente el diisobutileno con las correspondientes semiamidas de ácido maléico para formar los correspondientes copolímeros bajo las condiciones normalmente empleadas para la copolimerización de diisobutileno con

anhidrido de ácido maléico.

Como según el procedimiento descrito solo una parte de las unidades de anhídrido de ácido maléico del copolímero son amidadas, otros grupos de anhídrido de ácido maléico quedan accesibles a la reacción con los alcoholes monohídricos para formar los semiésteres. También tales productos se pueden emplear en forma de sus sales alcalinas, amónicas o aminicas, preferentemente como agente de encolado de papel aniónico en medio ácido y neutro. Para la obtención de los semiésteres son adecuados los alcoholes monohídricos alifáticos lineales o ramificados, con 1 hasta 20 átomos de carbono. Los grupos anhídrido aún presentes en los copolímeros después de la amidación parcial se pueden reaccionar aquí en 10 hasta 100 moles-% a los correspondientes semiésteres.

En una forma de ejecución preferente de la invención se emplean los agentes de encolado como soluciones acuosas en mezcla con úrea y derivados de úrea. Derivados de úrea adecuados son aquellos en los cuales uno o ambos átomos de nitrógeno están sustituidos por grupos C₁-C₄-alquilo ó C₁-C₄-hidroxialquilo, tales como grupos hidroximetilo. Como ejemplos de tales derivados sean mencionados la dimetilúrea, tetrametilúrea y dimetilolúrea. La cantidad de úrea o bien de derivados de úrea agregada asciende aquí por lo general a un 10 hasta 200% en peso, preferentemente, un 20 hasta 100% en peso, referido a la semiamida/sales de semiamonio de los copolímeros o bien terpolímeros parcialmente amidados del anhídrido de ácido maléico y diisobutileno.

La adición de la úrea o bien los derivados de úrea hace que se pueda reducir la cantidad de polímero sin perjudicar las excelentes propiedades de encolado que se pueden

alcanzar sin la adición de úrea solo mediante una mayor cantidad de polímero. Además, los agentes de encolado obtenidos por la combinación con úrea y derivados de úrea cumplen en forma extremadamente buena las necesidades prácticas de los agentes de encolado de superficie para papel con respecto a la
5 baja viscosidad de la solución y la reducida tendencia a la formación de espuma.

Para la combinación con la úrea o bien los derivados de úrea son adecuados, tanto las sales de semiamida/
10 semiamonio de los copolímeros de anhídrido de ácido maléico/
diisobutileno o bien terpolímeros, como también las arriba mencionadas sales de semiamida/ semiamonium en las cuales las unidades de anhídrido de ácido maléico están adicionalmente esterificadas parcialmente con alcoholes monohídricos. Adecuados
15 para la obtención de los semiésteres son los alcoholes monohídricos alifáticos, lineales o ramificados con 1 hasta 20 átomos de carbono. Los grupos de anhídrido aún existentes en los copolímeros después de la amidación parcial se pueden reaccionar aquí en 10 hasta 100 moles-% a los correspondientes
20 semiésteres. También estos productos representan agentes de encolado de papel aniónicos con una tendencia a la formación de espuma extraordinariamente reducida, que se pueden emplear en el margen pH ácido y neutro.

Mediante la adición de úrea o bien derivados
25 de úrea a las soluciones de los polímeros se puede reducir considerablemente la concentración de estos polímeros en la solución acuosa del agente de encolado, alcanzándose el mismo efecto de encolado como al emplear únicamente los polímeros solo se puede lograr mediante una concentración considerablemente superior. La adición de úrea hace, por lo tanto, que,
30

por ejemplo, se pueda reducir considerablemente la cantidad de sal de semiamida/semiamonium del copolimero amidado de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno en la solución del agente de encolado, in que sufran por ello las excelentes propiedades de encolado del producto.

Los agentes de encolado de superficie para papel según la presente invención se pueden emplear según todos los métodos de elaboración usuales para el encolado de superficie en la fabricación de papel. Los agentes de encolado se pueden utilizar tanto solos como en combinación con dispersiones de material sintético. Su reducida tendencia a espumar está también dada bajo condiciones aparativas desfavorables, independientemente del grado de dureza del agua empleada. Los productos son adecuados, por sí solos o en combinación con los agentes de encolado que se agregan a la pulpa del papel, para el encolado de la superficie de la mayoría de las calidades de papel comerciales, tales como por ejemplo papeles que contengan alumbre, libres de alumbre, rellenos con caolina, rellenos con creta, papeles neutros, papeles ácidos, papeles sin aprestar, papeles previamente aprestados, papeles conteniendo madera y papeles conteniendo papel viejo.

En los ejemplos a continuación los porcentajes indicados se refieren siempre a porcentos en peso.

EJEMPLO 1.-

Preparación del agente de encolado de superficie 1:

392 g (4,0 moles) de anhídrido de ácido maléico y 500 g de xileno se introducen en un recipiente de 3 litros de capacidad, provisto de agitador y dotado de refrigerador de reflujo, termómetro interno, tubería de alimentación de nitrógeno y dos embudos goteadores superpuestos. 640 g

(5,7 moles) de diisobutileno (mezcla industrial de 2,4,4-trimetil-1-penteno y 2,4,4-trimetil-2-penteno) y 12,54 g (0,076 moles) de azo-bis-isobutironitrilo (AIBN) en 400 g de xileno se introducen simultáneamente bajo nitrógeno en el transcurso de un período de 3 a 4 horas, a 100°C. Terminada la adición se introducen 24 g (0,43 moles) de isobutileno en la mezcla de reacción en el transcurso de un período de 15 minutos y al mismo tiempo se agregan gota a gota 3,76 g (0,017 moles) de t-butil-per-2-etilhexanoato en 30 g de xileno, y se continúa la agitación durante 5 horas a 100°C. Se agregan entonces 92,68 g (1,54 moles) de isopropanol, seguido de enfriamiento, bajo agitación, a 60°C durante un período de 1 hora. En el transcurso de 30 minutos se agregan entonces 109,8 g (1,50 moles) de n-butilamina y se hace reaccionar con los grupos anhídridos del polímero presente en la mezcla de reacción durante un período de 12 horas a una temperatura de 80°C.

Mediante introducción continua de la solución de polímero formada en agua de 90°C se precipita bajo separación por destilación del disolvente y del 2,4,4-trimetil-2-penteno no copolimerizado en vacío el polímero como polvo blanco fino. Después de haber retirado mediante aplicación durante aproximadamente 2 horas de un vacío de unos 150-200 mm Hg del xileno restante y diisobutileno se disuelve el polímero mediante adición de solución acuosa al 25% de amoníaco y mediante desgasificación bajo aplicación de un vacío de 150 hasta 30 mm Hg a una temperatura de 50°C se libera de los últimos restos de disolvente y monómero. Diluyendo con agua se ajusta la solución a un contenido en sólidos de aproximadamente un 19% en peso. Esta solución es excelentemente adecuada para el encolado de la superficie de papel, tal y como se demuestra

mediante los ejemplos de aplicación a continuación.

EJEMPLO 2.-

Producción del agente de encolado de superficie 2:

5 En un autoclave de acero de 40 litros de capacidad se disuelven 10.080 g (48,0 moles) de un copolímero
alternante de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno en
13.380 g de metiletilcetona a temperatura ambiente. Después
se dosifican, asimismo a temperatura ambiente, en el transcurso de 2 horas una solución de 1063 g (14,56 moles) de n-butilamina y 300 g (5 moles) de isopropanol en 800 g de metiletilcetona. Terminada la adición de amina se calienta la mezcla de
10 reacción a 60°C y se sigue agitando aún durante un período de 4 horas a esta temperatura. Esta solución copolimera se extrae por introducción bajo vacío en una caldera de precipitación de 100 litros de capacidad donde se encuentran 60 litros de
15 agua de 50-60°C bajo separación simultánea por destilación del disolvente, formándose una suspensión acuosa de partícula fina del polímero. Mediante adición de 6750 g de una solución acuosa al 25% de amoníaco se transforma la suspensión copolimera en una solución acuosa que, a continuación, bajo aplicación de un vacío de 180-30 mm Hg a una temperatura de 50°C se libera de los últimos restos de disolvente. Diluyendo con agua se ajusta un contenido en sólidos de un 19% y la solución copolimera acuosa así obtenida se emplea como agente de encolado de superficie para el papel.

25 EJEMPLO DE APLICACION 1.-

Este ejemplo intenta demostrar el buen efecto de encolado del agente de encolado de superficie descrito en el ejemplo de obtención 1 sobre papeles de distinta composición. Como medida del encolado especial se determinó aquí el valor
30 Cobb (según DIN 53.132).

Los papeles empleados tenían la siguiente composición:

(a) papel libre de alumbre:

5 50% de celulosa de madera de pino, 50% de celulosa de madera frondosa, 9,5% de ceniza de arcilla, pH de la pulpa: 7,5; absorción de humedad en una prensa de encolado de laboratorio: aproximadamente un 85%; peso del papel: 80 g/m².

(b) papel conteniendo alumbre:

10 50% de celulosa de madera de pino, 50% de celulosa de madera frondosa, 1% de alumbre, 11,2% de ceniza de arcilla, pH en la pulpa: 4,4; recepción de humedad: aproximadamente un 80%; peso del papel: 80 g/m².

(c) papel pre-encolado.

15 50% de celulosa de madera de pino; 50% de celulosa de madera frondosa, 1% de alumbre, 0,1% de cola de Bewoid, 11,1% de ceniza de arcilla, pH en la pulpa: 4,5; recepción de humedad: aproximadamente 80%; peso del papel: 80 g/m².

(d) papel conteniendo creta:

20 50% de celulosa de madera de pino, 50% de celulosa de madera de frondosa, 7,9 % de ceniza de creta; pH en la pulpa: 7,5%; recepción de humedad: aproximadamente un 90%; peso del papel: 75 g/m².

(e) papel conteniendo madera:

25 40% de celulosa de madera de pino, 60% de pulpa de madera mecánica, 14,1% de ceniza de arcilla, pH en la pulpa: 4,5, recepción de humedad: aprox. 40%; peso del papel: 75 g/m².

30 El encolado de los papeles se efectuó en una prensa de encolado de laboratorio de la firma Mathis Zurich,

Suiza, tipo HF. Como flota de encolado se empleó una solución de un 5% en peso de fécula comercial y 0,19 hasta 0,24% en peso del agente de encolado a comprobar, (calculado como sustancia activa al 100%) en un 94,87 hasta 94,76% en peso de agua.

El secado de los papeles encolados en la superficie se efectuó en un cilindro secador en el transcurso de 1 minuto a unos 100°C. Antes de la comprobación del encolado se acondicionaron los papeles durante dos horas a temperatura ambiente.

Papel	Valor Cobb en g/m ² con adición de un	
	0,19% de agente de encolado (100%) a la flota.	0,24%
Libre de alumbre	24,0	22,4
Conteniendo alumbre	19,7	19,1
Pre-encolado	18,5	17,4
Conteniendo creta	23,5	22,0
Conteniendo madera	18,5	17,9

EJEMPLO DE APLICACION 2:-

Con este ejemplo se quiere demostrar el efecto de encolado mejorado del agente encolador según la presente invención sobre clases de papel libres de alumbre y conteniendo creta en comparación con el actual estado de la técnica (agente de encolado de superficies según la publicación alemana DOS 2.361. 544). El grado de encolado se determinó tanto mediante el valor Cobb en g/m² como también empleando el Hercules Sizing Tester. En el Hercules Sizing Tester se registra, conforme a las instrucciones de servicio de la firma fabricante Hercules Inc., Wilmington, Delaware U.S.A. el tiempo en segundos que transcurre hasta que la remisión decaiga a un 75% del valor de remisión del papel cuando la tinta de ensayo se aplica

y penetra a través del papel. Como tinta de ensayo se emplea la tinta verde fabricada por Hercules.

(a) Papel libre de alumbre

5		Valor Cobb en g/m ² con adición de un		Grado de encolado en seg. bajo adición de un	
		0,19%	0,24%	0,19%	0,24%
		de agente de encolado (100%) a la flota		de agente de encolado (100%) a la flota	
	Agente de encolado 1 según la invención	24,1	21,2	98	220
10	Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	39,6	21,8	21	125
	(b) Papel conteniendo creta	Valor Cobb en g/m ² con adición de un		Grado de encolado en seg. bajo adición de un	
		0,19%	0,24%	0,19%	0,24%
		de agente de encolado (100%) a la flota		de agente de encolado (100%) a la flota	
15	Agente de encolado 1 según la invención	25,1	21,8	175	236
	Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	45,8	25,5	85	203

20

EJEMPLO DE APLICACION 3.-

25

Para determinar el comportamiento de espumación de los agentes de encolado de la presente invención se comprobaron éstos en un aparato comprobador de espuma de laboratorio que reproducían las condiciones de la prensa de encolado de una máquina de papel. En este aparato se separa por succión la flota de encolado que contiene el agente de encolado a comprobar, fécula y eventualmente posteriores aditivos de una copa de vidrio dotada de termostato con velocidad de impulsión constante a través de una tubería que se encuentra en el

30 fondo de esta copa de cristal y se devuelve a la misma a través

de un tubo de acero que se ha conducido a través de la tapa de la copa de cristal. Este tubo de acero termina 150 nm por encima de la superficie del líquido de manera que la flota de encolado cae en chorro directo sobre ésta, con lo que se puede originar una formación de espuma. El volumen de espuma medido después de un determinado tiempo de ensayo por encima de la superficie de la flota de encolado en cc representa por lo tanto una medida para la tendencia a la formación de espuma del líquido a comprobar.

La tabla a continuación da un resumen sobre el comportamiento a la formación de espuma comprobado con ayuda del aparato comprobador arriba mencionado de los agentes de encolado de superficie 1 y 2 descritos en los ejemplos de obtención en comparación con el producto obtenido según la publicación alemana DOS 2.361.544. Para esta finalidad se prepararon cantidades de 700 cc de líquido encolador acuoso conteniendo en cada caso 5% en peso de una fécula comercial y 0,19% en peso del agente de encolado a comprobar. Las soluciones se calentaron a 60°C y se bombearon a través del aparato comprobador a una velocidad de 170 litros por hora. En períodos de cada vez 5 minutos se midió en cc el volumen de espuma que se formaba en el transcurso de la comprobación por encima de la superficie del líquido.

Agente de encolado	Volumen de espuma en cc después de un período de ensayo de					
	5	10	15	20	25	30 min.
Agente de encolado según el ejemplo 1	100	100	100	100	100	100
Agente de encolado según el ejemplo 2	100	100	100	100	100	100
Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	700	800	900	1000	1200	1600

EJEMPLO 3.-

Obtención del agente de encolado de superficie 3:

La producción del polímero se efectúa bajo nitrógeno según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 en un autoclave de 40 litros de capacidad dotado de un agitador de 4704 g de anhídrido de ácido maléico, 7680 g de diisobutileno, 360 g de isobutileno, 1112 g de isopropanol y 1095 g de n-butilamina. La solución de polímero resultante se introduce continuamente en una solución de 6000 g de urea en agua a 90°C y se elabora como descrito en el ejemplo 1. Diluyendo finalmente con agua se prepara una solución conteniendo urea del agente de encolado con un contenido en sólidos total de aproximadamente un 22,5% en peso, que se emplea para los ejemplos de aplicación 4 a 6.

EJEMPLO DE APLICACION 4.-

Como descrito en el ejemplo de aplicación 1 se determina el efecto de encolado sobre distintas clases de papel

Papel	Valor Cobb en g/m ² con adición de un	
	0,19%	0,24%
Libre de alumbre	24,2	22,4
Conteniendo alumbre	19,5	18,5
Pre-encolado	18,6	17,8
Conteniendo creta	23,8	22,2
Conteniendo madera	19,4	18,5

EJEMPLO DE APLICACION 5.-

La comparación con el agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544 se efectúa como descrito en el ejemplo de aplicación 2.

5	(a) Papel libre de alumbre:	Valor Cobb g/m ² con adición de un 0,19% 0,24% de agente de encolado (100%) a la flota	Grado de encolado según Hercules en seg. bajo adición de un 0,19% 0,24% de agente de encolado (100%) a la flota				
	Agente de encolado 3 según la invención	23,8 21,1	99 226				
10	Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	39,6 21,8	21 125				
15	(b) Papel conteniendo creta:	Valor Cobb g/m ² con adición de un 0,19% 0,24% de agente de encolado (100%) a la flota	Grado de encolado según Hercules en seg. bajo adición de un 0,19% 0,24% de agente de encolado (100%) a la flota				
	Agente de encolado 3 según la invención	24,7 21,5	181 242				
20	Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	45,8 25,5	85 203				
25	<u>EJEMPLO DE APLICACION 6.-</u>						
	El comportamiento a la espumación se comprueba según se describe en el ejemplo de aplicación 3. Sin embargo, las soluciones se bombean a través del aparato de comprobación a una velocidad más alta de 200 litros por hora.						
30	<u>TABLA:</u>	Volumen de espuma en cc después de un período de ensayo de					
	Agente de encolado	5	10	15	20	25	30 min.
	Agente de encolado según el ejemplo 3	100	100	100	100	100	100
	Agente de encolado según la publicación alemana DOS 2.361.544	1000	1200	1400	1700	2000	2300

5 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 de encolado de superficies para papel, pobre en formación de espuma, en forma de soluciones acuosas o acuoso-alcohólicas de sales de amina o de amonio de copolímeros conteniendo semi-amida de ácido carboxílico, caracterizado porque copolímeros de anhídrido de ácido maléico y diisobutileno y/o terpolímeros de anhídrido de ácido maléico, diisobutileno y un monómero de vinilo copolimerizante con anhídrido de ácido maléico se hacen reaccionar con 5 hasta 50 moles-%, calculado sobre los grupos de ácido maléico, de una monoamida primaria alifática o aromática.

2.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la obtención de las semiamidas se emplean 15 hasta 40 moles-% de la amina primaria, referido al anhídrido de ácido maléico.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como monoaminas se emplean metilamina, etilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, isobutilamina, n-pentilamina, n-hexilamina, n-heptilamina, n-octilamina, ciclohexilamina y anilina, bien individualmente o en mezcla entre sí.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las soluciones, referido al co- o bien terpolímero, contienen un 10 hasta 200% en peso de urea, urea sustituida por alquilo o urea sustituida por hidroxialquilo.

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

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

Madrid, -5 DIC. 1879

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. M. GOMEZ AGUDO Y PUNED
p. p. Firmado J. Suarez Diaz

