

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

19 ES	11 NUMERO 532989	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION 31.MAY.1984	



BIDA: LA CONSULTA

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO: 502.830	32 FECHA: 9.6.83	33 PAIS: E.U.A.
--	---------------------	--------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08L 33/26	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SOLUCION ACUOSA PARA SUSTRATOS FIBROSOS TALES COMO PAPEL"
---

71 SOLICITANTE (S) MONSANTO COMPANY (06-21-1621A SP)
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63167, E.U.A.
---

72 INVENTOR (ES) DONALD NEIL VAN EENAM
---

73 TITULAR (ES)
-----------------

74 REPRESENTANTE D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P. 86.590)
--

ANTECEDENTES DEL INVENTOCampo del invento

El presente invento se refiere a soluciones de polímero de acrilamida y, más particularmente, a un material que reduce la viscosidad de las soluciones de polímero de acrilamida. Además, el presente invento se refiere a un procedimiento para preparar soluciones de polímero de acrilamida de viscosidad inferior empleando los materiales reductores de la viscosidad del presente invento y al empleo de estas soluciones de polímero de acrilamida de baja viscosidad como aditivos de resistencia en seco para sustratos fibrosos tales como papel.

Discusión de la técnica anterior

Los polímeros de acrilamida se ha encontrado que son útiles como adhesivos, revestimientos y resinas para mejorar las propiedades del papel. Los polímeros de acrilamida pueden aplicarse en forma de soluciones, típicamente acuosas. El empleo de soluciones de polímero de acrilamida ha estado impedido debido a la naturaleza generalmente muy viscosa de estas soluciones. Se han utilizado diversos procedimientos para reducir la viscosidad de una solución de polímero de acrilamida. Uno de dichos métodos implica aumentar la temperatura de la solución de acrilamida. Otro método es reducir el porcentaje total de sólidos del polímero de acrilamida en la solución. Ambas alternativas son económicamente desventajosas. El calentamiento y el mantenimiento de la solución a una temperatura elevada requiere el empleo de un equipo complicado. El empleo de soluciones más diluidas de polímeros de acrilamida no es ventajoso puesto que requeriría la aplicación de grandes cantidades

1 de solución para obtener la cantidad necesaria de aplica-  
ción de polímero y también requeriría el transporte de so-  
luciones más diluidas lo que es caro.

5 RESUMEN DEL PRESENTE INVENTO

El presente invento supera las desventajas antes  
descritas y otras deficiencias de los métodos previos de  
reducir la viscosidad de las soluciones de polímero de  
acrilamida con el empleo de un material que reduce la vis-  
10 cosidad. El material reductor de la viscosidad del presen-  
te invento es un material de ácido cinámico que puede ser  
ácido cinámico o sus derivados, tal como alcohol cinamíli-  
co, diversas sales, incluyendo las sales de amonio cuater-  
nario y aminas. Este material reductor de la viscosidad se  
15 polimeriza con el monómero de acrilamida en una cantidad  
suficiente de modo que reduzca la viscosidad de la solución  
de polímero de acrilamida resultante. La cantidad especí-  
fica del material reductor de la viscosidad dependerá del  
porcentaje de sólidos específicos de la solución de políme-  
20 ro de acrilamida, y de la viscosidad deseada. Cuanto mayor  
es el porcentaje de sólidos del polímero de acrilamida en  
solución, mayor es la cantidad de material reductor de la  
viscosidad que se requiere para alcanzar la viscosidad de-  
seada. Se ha encontrado que el material reductor de la vis-  
25 cosidad como se ha definido antes efectuará una reducción  
de la viscosidad de las soluciones de polímero de acrilami-  
da en todas las concentraciones.

Se ha encontrado que la solución de polímero de  
acrilamida de viscosidad reducida preparada con los mate-  
30 riales reductores de la viscosidad del presente invento

1 son particularmente útiles como resinas de resistencia en seco para tratar sustratos fibrosos tales como papel.

#### Descripción de las realizaciones preferidas

5 El presente invento se refiere en general a soluciones de polímero de acrilamida en las que la viscosidad se hace descender por el empleo de un material reductor de la viscosidad.

10 El polímero de acrilamida se prepara típicamente por numerosos métodos de polimerización por radicales libres muy conocidos, por ejemplo, radiación, polimerización básica por radicales libres y fisión mecánica. Un método particularmente preferido implica preparar una solución de los monómeros de acrilamida, añadirles un catalizador de radicales libres apropiado y a continuación llevar a cabo la polimerización. Los catalizadores de radicales libres típicos que pueden emplearse son peróxido de hidrógeno, peróxidos e hidroperóxidos orgánicos, persulfatos e ion céri-  
15 co. Puede también añadirse junto con el catalizador un activador, que es típicamente un agente reductor suave. Un activador típico descrito en la técnica es formaldehído-sulfoxalato sódico. Todos estos métodos son muy conocidos por los expertos en la técnica y no requieren más descripción.

20 Como se ha establecido antes, el método típico para producir polímeros de acrilamida del presente invento implica preparar una solución del monómero de acrilamida y un catalizador apropiado con o sin acelerador y a continuación realizar la polimerización. De los diversos disolventes útiles, tales como agua, alcohol y éteres, el disolvente preferido del presente invento es agua.

30

1 El nuevo material reductor de la viscosidad del  
presente invento es un material de ácido cinámico. Para  
los fines del presente invento, la expresión "material de  
ácido cinámico" se definirá incluyendo ácidos cinámicos y  
5 los derivados de ácidos cinámicos, tales como alcohol cina-  
mílico, las sales de ácido cinámico, incluyendo sales de  
amonio cuaternario, aminas y diversos derivados de fenilo  
sustituídos del ácido cinámico, siendo los materiales prefe-  
ridos ácido cinámico, alcohol cinamílico y diversas sales  
10 de ácido cinámico.

El material reductor de la viscosidad del presen-  
te invento se añade antes o durante la polimerización del  
monómero de acrilamida. El material reductor de la viscosi-  
dad reacciona con el polímero de acrilamida y llega a form-  
15 mar parte de él.

Se ha determinado que el material reductor de la  
viscosidad reduce la viscosidad total de la solución de po-  
límero de acrilamida incluso cuando se emplea en cantida-  
des mínimas. Así, la cantidad del material reductor de la  
20 viscosidad empleada para preparar la solución de polímero  
de acrilamida dependerá de la viscosidad final deseada. La  
determinación de la cantidad suficiente de material reduc-  
tor de la viscosidad para alcanzar la viscosidad deseada  
puede ser realizada por un experto en la técnica por medios  
25 típicos, generalmente se añade una cantidad suficiente del  
material reductor de la viscosidad del presente invento pa-  
ra reducir significativamente la viscosidad de la solución  
de polímero de acrilamida. Una reducción significativa de  
la viscosidad puede ser tan baja como el 25%, preferible-  
mente mayor que el 50% obteniéndose reducciones 100 veces  
30

1 menores en comparación con las soluciones que contienen el mismo polímero de acrilamida pero sin el material reductor de la viscosidad con el mismo contenido de sólidos.

5 Además, la cantidad de material reductor de la viscosidad empleada para preparar solución de polímero de acrilamida dependerá también del porcentaje de sólidos en la solución. Como se ha establecido antes, el porcentaje de sólidos de la solución también influirá sobre la cantidad de material reductor de la viscosidad del presente invento empleada para alcanzar la viscosidad deseada. Las so-  
10 luciones típicas de la técnica anterior tienen porcentajes de sólidos que varían entre aproximadamente 5 y aproximadamente 15. Aunque estos tipos de soluciones son generalmente de baja viscosidad, el empleo adicional del material re-  
15 ductor de la viscosidad del presente invento reducirá más la viscosidad total. Una solución para los fines del presente invento tendrá generalmente sólidos que varían entre cinco (5) y cincuenta (50) por ciento determinado secando una muestra de 1 gramo a ciento veinte (120) °C durante  
20 una (1) hora.

Es preferible limitar la cantidad del material reductor de la viscosidad del presente invento por debajo de aproximadamente 10% en peso del peso total del polímero de acrilamida que se esté preparando, más preferiblemente  
25 por debajo de aproximadamente 5% en peso e incluso más preferiblemente, entre alrededor de 0,1 y alrededor de 2,0% en peso.

Otro aspecto del presente invento implica la preparación de una solución con alto contenido de sólidos entre 10 y 40% de sólidos incorporando mientras a ella el ma-  
30

1 terial reductor de la viscosidad del presente invento y ob  
teniendo así una solución con alto contenido de sólidos fi  
nal que tiene una viscosidad deseada dentro del intervalo  
entre aproximadamente 200 y aproximadamente 15.000 (0,2 a  
5 15 Pa.s), más preferiblemente, entre aproximadamente 1000  
y aproximadamente 8000 centipoises (1 a 8 Pa.s). El conte  
nido de sólidos de la solución se determina como se ha esta  
blecido antes mientras que las viscosidades pueden determi  
narse por los métodos de Gardner o Brookfield. La canti  
10 dad del material de ácido cinámico reductor de la viscosi  
dad del presente invento empleada para preparar esta solu  
ción de polímero de acrilamida preferida variará entre  
0,5% en peso y 10% en peso del polímero de acrilamida, más  
preferiblemente entre alrededor de 0,1 y alrededor de 2,0%  
15 en peso.

Como se ha establecido antes, un polímero de  
acrilamida preparado de acuerdo con el presente invento tie  
ne particular aplicación en el empleo como resina de resis  
tencia en seco para sustratos fibrosos tales como papel.  
20 Algunas veces es deseable proporcionar con las resinas de  
resistencia en seco sitios de carga para mejorar la reac  
ción entre el polímero y el sustrato de papel. Los tipos  
de materiales útiles para proporcionar un sitio de carga  
aniónico a los polímeros de acrilamida pueden referirse ge  
25 neralmente a ácidos carboxílicos etilénicamente insatura  
dos, tales como ácido acrílico, maleico, itacónico y meta  
crílico. Al polímero de acrilamida puede también proporcio  
nársele un sitio de carga catiónico por el empleo de diver  
30 sos materiales tales como cloruro de dialil-diamonio y ami  
noetil-metacrilato de N,N-dimetilo.

1

EJEMPLOS 1-7

5

10

15

20

25

Los siguientes ejemplos, 1 a 7, ilustran la reducción de la viscosidad en una solución de polímero de acrilamida por el empleo del material reductor de la viscosidad del presente invento. Las soluciones de polímero de acrilamida en los ejemplos 1 a 7 se prepararon colocando en una solución acuosa las cantidades de los materiales específicos recogidos a continuación en la Tabla 1 con 0,12 gramos de catalizador de persulfato de amonio en un matraz Erlenmeyer de 50 ml que estaba equipado con una barra magnética agitadora. Al matraz se le colocó un tapón después de haber sido rociado con nitrógeno y se colocó en un baño de agua caliente mantenido a una temperatura entre 70 y 80°C durante un período de aproximadamente 2 horas.

También se recogen en la Tabla 1 las viscosidades de las soluciones en centipoises (Pa.s), determinadas por el método Brookfield, para cada ejemplo. Como se ve en la Tabla 1, los ejemplos que no se prepararon empleando el material reductor de la viscosidad del presente invento presentaban mayores viscosidades, típicamente mayores que 20.000 cp ( $> 20$  Pa.s) (véase ejemplos 1 y 2). Los restantes ejemplos presentaban menores viscosidades por el empleo de dichos materiales reductores de la viscosidad como se definen en el presente invento, en particular, cinamato sódico.

30

TABLA 1

EJ.	MONOMERO DE ACRILAMIDA (GRAMOS)	MATERIALES REDUCTORES DE LA VISCOSIDAD (GRAMOS)	OTROS MATERIALES (GRAMOS)	VISCOSIDAD (CENTIPOISES)	VISCOSIDAD (Pa.s)
1	5,0	--	--	> 20.000	> 20
2	4,75	---	Acrilato de Na (0,25)	> 20.000	> 20
3	4,75	Cinamato de Na (0,25)	--	500	0,50
4	4,5	Cinamato de Na (0,25)	Estireno (0,25)	350	0,35
5	4,75	Acido cinámico (0,25)	--	< 1.000	< 01
6	4,75	Alcohol cinámico (0,25)	---	< 1.000	< 01
7	4,75	Cinamil-amina (0,25)	---	< 1.000	< 01

PREPARACION DE PAPEL TRATADOEJEMPLOS A - B

Los siguientes ejemplos ilustran la aplicación de polímeros de acrilamida preparados de acuerdo con el presente invento a material de papel.

Específicamente, el material de papel era papel kraft de madera dura/madera blanda blanqueado 50/50 a CSF 500 con 15 kg/tm de alumbre a un pH de 4,5. La lámina se formó en una máquina piloto de papel a 15,25 m/minuto con un peso base de 13,6 kg/279 m<sup>2</sup>. Se cortaron tiras extensibles (empleadas para llevar a cabo el ensayo de resistencia en seco) transversalmente a la dirección desde el centro de la lámina. Se sometieron a ensayo tiras de 10 x 2,5 cm para averiguar la resistencia en seco a una velocidad de extensión de 2,5 cm/minuto. Los ejemplos A y B implican la aplicación de los ejemplos 3 y 4 preparados anteriormente, respectivamente, al material de papel. En la Tabla 2, siguiente, se muestra la cantidad de los ejemplos de polímero de acrilamida respectivos aplicados al papel y la resistencia en seco resultante. Las resistencias en seco de las muestras de papel se midieron de acuerdo con el procedimiento de ensayo estándar de Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) T404-2566.

Aunque se han descrito e ilustrado las realizaciones preferidas, pueden llevarse a cabo diversas modificaciones y sustituciones dentro del alcance del presente invento. Por consiguiente, ha de entenderse que el presente invento ha sido descrito como ilustración y no como limitación.

1

5

TABLA 2

<u>EJ.</u>	<u>EJEMPLO CORRES- PONDIENTE DE LA TABLA 1</u>	<u>APLICACION Kg/Tm</u>	<u>RESISTENCIA EN SECO Kg/Tm</u>
A	3	5,0	11,36
		20,0	15,62
B	4	5,0	10,16
		20,0	14,76

10

15

20

25

30

1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de invención en España, por VEINTI años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Procedimiento para preparar una solución acuosa para sustratos fibrosos tales como papel, caracterizado porque se hace reaccionar acrilamida y de 0,1 hasta 10% en peso de un material de ácido cinámico- basado en el peso total de acrilamida y del material de ácido cinámico- en solución acuosa en presencia de un catalizador de radical libre.

15

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicho material de ácido cinámico se emplea por debajo de aproximadamente 10% en peso del peso total del polímero de acrilamida.

20

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicho material de ácido cinámico se emplea por debajo de aproximadamente 5% en peso del peso total de dicho polímero de acrilamida.

25

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicho material de ácido cinámico se emplea entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 2% en peso del peso total de dicho polímero de acrilamida.

30

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dicha acrilamida se emplea en forma de solución acuosa.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, en

1 el que dicha acrilamida empleada varía entre aproximadamen  
te 10 y 40% de la solución.

5 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª,  
en el que dicho material de ácido cinámico empleado varía  
entre 0,5 y 10% en peso del polímero de acrilamida.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª,  
en el que dicho material de ácido cinámico empleado varía  
entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 2% en peso  
del polímero de acrilamida.

10 9ª.- "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SOLUCION  
ACUOSA PARA SUSTRATOS FIBROSOS TALES COMO PAPEL".

Tal y como se ha descrito en la memoria que ante  
cede y para los fines que se han especificado.

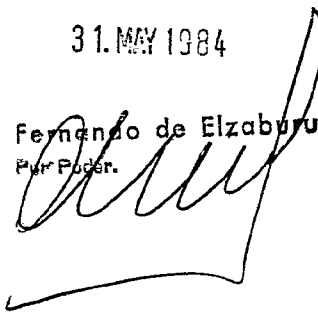
15 Esta memoria consta de doce hojas escritas a má-  
quina por una sola cara.

Madrid,

31. MAY 1984

P.A.

Fernando de Elzaburu  
Por Poder.



20

25

26054

F C M