



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0621163-1 A2**

(22) Data de Depósito: 22/12/2006
(43) Data da Publicação: 29/11/2011
(RPI 2134)



(51) *Int.Cl.:*
B31F 1/12
C08G 69/48

(54) **Título:** COMPOSIÇÃO, COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRASPAMENTO AQUOSA E MÉTODO DE ENCRASPAMENTO DE UMA REDE DE PAPEL

(30) **Prioridade Unionista:** 29/12/2005 US 11/321,995

(73) **Titular(es):** NALCO COMPANY

(72) **Inventor(es):** CHRITOPHER D. KALEY, GARY S. FURMAN, MINGLI WEI, SAMMY LEE ARCHER, VLADIMIR A. GRIGORIEV, WINSTON SU

(74) **Procurador(es):** DAVID DO NASCIMENTO ADVOGADOS ASSOCIADOS.

(86) **Pedido Internacional:** PCT US06049229 de 22/12/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/079064de 12/07/2007

(57) **Resumo:** COMPOSIÇÃO, COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRASPAMENTO AQUOSA E MÉTODO DE ENCRASPAMENTO DE UMA REDE DE PAPEL. Trata-se de uma composição que compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 1:99 a aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do polímero, e o uso da composição para o encrespamento de redes de papel.

COMPOSIÇÃO, COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO
AQUOSA E MÉTODO DE ENCRESPAMENTO DE UMA REDE DE PAPEL

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se a um método de
5 encrespamento de produtos de papel em que uma rede de papel é
aderida a um cilindro de encrespamento ao utilizar uma
composição adesiva que compreende uma mistura de resina de
poliaminoamida-epicloroidrina e poliamida.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

10 As propriedades desejadas do tecido, incluindo a
maciez, o volume, o estiramento e a capacidade de absorção,
são obtidas por meio de um cilindro de secadora Yankee
aquecido por vapor e uma lâmina de aplicação. A rede de fibra
úmida é bastante desidratada no estreitamento do rolo de
15 pressão onde a folha é transferida para superfície de Yankee.
Neste ponto a rede de papel tem uma consistência de 35-40%. A
folha é ainda secada no cilindro Yankee quente até uma
consistência de 90-97% e removida com uma lâmina de
aplicação. A ação mecânica da lâmina resulta em um rompimento
20 das ligações de fibra-fibra e em uma formação de uma
estrutura de microdobras dentro da folha. Este processo é
conhecido como encrespamento.

A fim de desenvolver o crepe, a rede de papel tem
que aderir à superfície da secadora Yankee. A aderência é
25 provida pela aspensão de um adesivo sobre da secadora. Os
adesivos Yankee mais comuns são polímeros sintéticos tais
como resinas de poliaminoamida-epicloroidrina, resinas do
poliamina-epicloroidrina, álcoois de polivinila, acetatos de
polivinila, poliacrilamidas e poliéteres. Vários compostos de
30 baixo peso molecular, óleos e tensoativos, são utilizados
para modificar as propriedades de revestimento Yankee.

Um adesivo de encrespamento que compreende uma
mistura de resinas de poliaminoamida e epihaloidrina de

elevado peso molecular e baixo peso molecular, PAE-I e PAE-II, respectivamente, é descrito na patente norte-americana nº. 6.277.242.

5 A indústria de tecidos está interessada na manufatura de um tecido muito macio (graus superiores) que requer o encrespamento a níveis muito baixos de umidade da folha (< 3%). Os adesivos de encrespamento convencionais tendem a endurecer e a serem menos reumedecíveis com a secagem extensiva que é requerida para o encrespamento a
10 baixa umidade. O revestimento duro resulta em trepidação da lâmina e perda de aderência, que pode resultar no desgaste da lâmina e em um encrespamento não-uniforme. Desse modo, há uma grande demanda quanto a um adesivo de encrespamento que permaneça mole e reumectável sob condições de encrespamento a
15 baixa umidade.

Os adesivos termorrígidos tradicionais, muito similares às resinas de resistência à umidade permanente, formam revestimentos muito frágeis e trabalham melhor em condições de encrespamento de alta umidade (> 6%). Alguns
20 adesivos termorrígidos com níveis mais baixos de reticulação são muito mais universais e podem ser utilizados para o encrespamento em uma faixa mais ampla de umidade da folha, de 3 a 7%. As resinas não-termorrígidas são geralmente mais fáceis de controlar e propiciam um melhor controle da folha
25 quando o encrespamento se dá a níveis de umidade mais baixos. Modificadores, por exemplo, polióis tais como o glicerol, também podem ser utilizados para ajustar o nível de aderência e incrementar a maciez e a umectabilidade do revestimento. No entanto, até mesmo com a adição de modificadores, os adesivos
30 convencionais ficam demasiadamente duros e o seu uso ainda fica limitado aos níveis de umidade > 3%. Consequentemente há uma necessidade contínua quanto a composições adesivas de encrespamento aperfeiçoadas.

DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

Em uma realização, a presente invenção consiste em uma composição que compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma
5 razão de aproximadamente 1:99 a aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do polímero.

Em uma outra realização, a presente invenção consiste em um método de encrespamento de uma rede de papel que compreende:

10 a) a aplicação, a um cilindro de encrespamento rotativo, de uma composição adesiva que compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 1:99 a aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do
15 polímero; b) a compressão da rede de papel de encontro ao cilindro de encrespamento para efetuar a aderência da rede de papel ao cilindro de encrespamento; e c) a retirada da rede de papel do cilindro de encrespamento com uma lâmina de aplicação.

20 DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

As poliamidas úteis na composição da presente invenção podem ser obtidas a partir da polimerização de condensação de um ou mais derivados de ácidos dicarboxílicos orgânicos e uma ou mais polialquileno poliaminas sob
25 condições apropriadas para a formação de poliamidas de cadeias longas, por exemplo, a temperaturas mais altas do que aproximadamente 130°C por várias horas com a remoção de subprodutos de água ou álcool. A poliamida resultante tem tipicamente um peso molecular médio ponderal de
30 aproximadamente 500 a aproximadamente 500.000 Daltons tal como determinado pela cromatografia de permeação/dispersão de luz multiangular (GPC/MALLS) e uma viscosidade Brookfield do polímero mais alta do que aproximadamente 100 cps para uma

solução de 50% a 25°C. A água pode ser adicionada no final da polimerização para formar uma solução de polímero aquosa.

Geralmente, é utilizada uma quantidade suficiente de derivado do ácido orgânico para reagir substancialmente com todos os grupos amino primários, mas insuficiente para reagir até qualquer grau significativo com os grupos amino secundários da polialquileno poliamina. Em uma realização, o derivado de ácido dicarboxílico orgânico e a polialquileno poliamina são reagidos a uma razão molar de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 1,4:1. Em uma outra realização, o derivado de ácido dicarboxílico orgânico e a polialquileno poliamina são reagidos a uma razão molar de aproximadamente 0,9:1 a aproximadamente 1,0:0,9.

Os "derivados de ácidos dicarboxílicos orgânicos" incluem ácidos dicarboxílicos alifáticos e aromáticos e seus cloretos, anidridos e ésteres de ácidos, e as misturas correspondentes dos mesmos. Os ésteres são de preferência os ésteres alifáticos C₁-C₃. Os derivados de ácidos dicarboxílicos orgânicos são selecionados de maneira tal que o poliamida resultante é solúvel em água ou dispersível em água.

Os ácidos dicarboxílicos orgânicos representativos e seus derivados incluem o ácido maléico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azeláico, ácido sebásico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno dicarboxílico, maleato de dimetila, malonato de dimetila, malonato de dietila, succinato de dimetila, succinato de diisopropila, glutarato de dimetila, glutarato de dietila, adipato de dimetila, adipato de metil etila, sebacato de dimetila, ftalato de dimetila, isoftalato de dimetila, tereftalato de dimetila, naftaleno dicarboxilato de dimetila, ésteres dibásicos (DBE), éter de

poli(etilenoglicol)bis(carboximetila), cloreto de succinila, dicloreto de glutarila, cloreto de adipoila, cloreto de sebacoila, sebacato, cloreto de ftaloila, cloreto de isoftaloila, cloreto de tereftaloila, naftaleno dicarboxilato, anidrido maléico, anidrido succínico, anidrido glutárico, anidrido ftálico, anidrido 1,8-naftálico, e outros ainda.

As "polialquileno poliaminas" referem-se àqueles compostos orgânicos que têm dois grupos amina primária (-NH₂) e pelo menos um grupo amina secundária onde os átomos de amino nitrogênio estão ligados entre si por grupos alquileno, contanto que dois átomos de nitrogênio são unidos aos mesmos átomos de carbono. As polialquileno poliaminas representativas incluem dietilenotriamina (DETA), trietilenotetraamina (TETA), tetraetilenopentaamina (TEPA), dipropilenotriamina, e outras ainda.

As resinas de poliaminoamida-epicloroidrina úteis na composição da presente invenção são resinas termorrígidas catiônicas solúveis em água tipicamente preparadas ao reagir uma ou mais polialquileno poliaminas que contêm grupos amina secundária e um ou mais derivados de ácidos dicarboxílicos para formar uma poliaminoamida e que então a poliaminoamida é reagida com a epicloroidrina para formar a resina de poliaminoamida-epicloroidrina.

A preparação da poliaminoamida é tal como descrito acima para a preparação do componente de poliamida da composição. Em uma realização, o derivado de ácido dicarboxílico orgânico e a polialquileno poliamina são reagidos a uma razão molar de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 1,4:1. Em uma outra realização, o derivado de ácido dicarboxílico orgânico e a polialquileno poliamina são reagidos a uma razão molar de aproximadamente 0,9:1 a aproximadamente 1,0:0,9.

A poliaminoamida é reagida então com o epicloroidrina sob condições controladas para formar a resina de poliaminoamida-epicloroidrina (PAE). De preferência, a poliaminoamida é diluída com água até uma concentração de aproximadamente 10 a aproximadamente 50 por cento em peso, e a solução é resfriada abaixo de aproximadamente 25°C. Uma quantidade de epicloroidrina suficiente para reagir com a quantidade desejada dos grupos amino secundários na poliaminoamida é então adicionada lentamente na solução. A mistura é aquecida então a uma temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 100°C até que a viscosidade desejada seja alcançada, tipicamente de aproximadamente duas a aproximadamente oito horas. A preparação de resinas apropriadas de poliaminoamida-epicloroidrina é descrita na patente norte-americana n°. 6.277.242, aqui incorporada a título de referência.

Em uma realização, a poliaminoamida é reagida com aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1,8 equivalente molar de epihalidrina, com base nos grupos amino secundários da poliaminoamida.

Em uma realização, as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 10.000 a aproximadamente 5.000.000 Daltons e as poliamidas têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 500 a aproximadamente 500.000 Daltons.

Em uma realização, a epihaloidrina é epicloroidrina.

Em uma realização, a composição da presente invenção compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 10:90 a aproximadamente 95:5 com base nos componentes ativos do polímero. Em uma outra realização, a composição compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e

epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 40:60 a aproximadamente 80:20 com base nos componentes ativos do polímero.

5 Em uma realização, as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 50.000 a aproximadamente 2.000.000 Daltons e as poliamidas têm um peso molecular médio ponderal de 500 a aproximadamente 500.000 Daltons.

10 Em uma realização, as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina são preparadas ao reagir a poliaminoamida com aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,8 equivalente molar de epiclорoidrina, com base nos grupos amino secundários da poliaminoamida. Em uma outra realização, as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina são preparadas ao reagir a
15 poliaminoamida com aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,3 equivalente molar de epiclорoidrina, com base nos grupos amino secundários da poliaminoamida.

Em uma realização, a poliaminoamida é o produto da reação de dietilenotriamina e um derivado de ácido
20 dicarboxílico selecionado entre o ácido adípico, o ácido glutárico, o éster de DBE-2 dibásico, glutarato de dimetila e adipato de dimetila, ou uma mistura destes.

Em uma realização, a poliamida é o produto da reação de dietilenotriamina e um ou mais derivados de ácidos
25 dicarboxílicos selecionados entre o éster de DBE-2 dibásico, o ácido adípico, o ácido glutárico, o glutarato de dimetila e o adipato de dimetila, ou uma mistura destes.

Em uma realização, as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de
30 aproximadamente 50.000 a aproximadamente 2.000.000 Daltons e a poliamida tem um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 50.000 Daltons.

Em uma realização, as resinas de poliaminoamida e

epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 100.000 a aproximadamente 1.000.000 Daltons e a poliamida tem um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 20.000 Daltons.

5 Em uma realização, a resina de poliaminoamida e epihaloidrina é um terpolímero de ácido glutárico, dietilenotriamina e epicloroidrina, e a poliamida é um copolímero de ácido adípico e dietilenotriamina.

10 A composição da presente invenção pode ser aplicada à superfície de um cilindro de encrespamento como uma solução aquosa diluída. Em uma realização, a solução aquosa compreende aproximadamente 0,01 a aproximadamente 50 por cento em peso da composição de resina de poliaminoamida e epihaloidrina/poliamida e aproximadamente 99,99 a
15 aproximadamente 50 por cento em peso de água. Os elementos versados na técnica de adesivos de encrespamento irão apreciar que a razão para uma porcentagem maior de água na mistura é em parte baseada na necessidade de depositar somente uma camada muito fina de adesivo no cilindro de
20 encrespamento, o que, em uma realização, é executado mais facilmente com uma lança de aspersão.

 O pH da solução aquosa pode ser ajustado a fim de estabilizar ainda mais a composição. Em uma realização, o pH é ajustado em aproximadamente 2-7. Em uma outra realização, o
25 pH é ajustado em aproximadamente 4-6. O ajuste do pH pode ser realizado ao utilizar qualquer ácido orgânico ou inorgânico. Os ácidos representativos incluem os ácidos fórmico, acético, sulfúrico, clorídrico, fosfórico, e outros ainda. Em uma
30 realização, o pH é ajustado ao utilizar o ácido sulfúrico ou fosfórico ou uma mistura dos mesmos.

 Em uma realização, a composição adesiva da presente invenção também compreende um ou mais polióis, um ou mais sais de fosfato, ou uma mistura destes.

Tal como aqui empregado, "polióis" referem-se aos polióis solúveis em água simples compostos por grupos alquilenos e até aproximadamente seis grupos hidroxila em que os grupos alquilenos são interrompidos opcionalmente por um ou
5 mais grupos O ou NH. Os polióis representativos incluem o glicerol, etileno glicol, 1,4-butano diol, dietanolamina, trietanolamina, sorbitol, dietileno glicol, trietileno glicol, propileno glicol, dipropileno glicol, polietileno glicol, e outros ainda.

10 Em uma realização, os polióis são selecionados entre glicerol, etileno glicol, sorbitol, dietileno glicol, propileno glicol, polietileno glicol e dietanolamina. Em uma realização, o polioliol é o glicerol.

Os sais de fosfato representativos incluem os sais
15 de sódio, de potássio e de amônio de ortofosfato, pirofosfato, metafosfato, polifosfato, fosfito e hipofosfito. Os sais de fosfato também incluem sais de fosfato formados in-situ pelo ajuste do pH da composição de encrespamento com o ácido fosfórico. Em uma realização, os sais de fosfato são
20 selecionados entre o fosfato de monoamônio, o fosfato de diamônio, os sais de fosfato formados in-situ ao ajustar o pH da composição de encrespamento com ácido fosfórico, e as misturas destes.

A quantidade de polióis e/ou de sais de fosfato com
25 relação à composição de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida em uma base seca do polímero varia tipicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 50 por cento em peso. Em uma realização, é desejável utilizar entre aproximadamente 0,5 e aproximadamente 20 por cento em peso de
30 polióis e/ou sais de fosfato. Deve ficar compreendido que nem todos os polióis produzem resultados similares. Em determinados casos, dependendo da temperatura empregada, a composição particular de resina de poliaminoamida-

epicloroidrina/poliamida utilizada e outras variáveis, uma experimentação rotineira será necessária para determinar os melhores sais de poliol ou de fosfato a serem utilizados, assim como a quantidade particular a ser empregada conjuntamente com a composição particular de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida.

Em uma realização, um auxiliar de liberação que também é diluído, emulsionado ou disperso na forma aquosa é aplicado à secadora Yankee conjuntamente com o adesivo de polímero. O auxiliar de liberação interage com os materiais adesivos na superfície da secadora Yankee para evitar o acúmulo de revestimento excessivo, para controlar a aderência da folha e para reduzir o desgaste da lâmina de aplicação. Os auxiliares de liberação representativos incluem os óleos de liberação compostos por óleo naftênico, parafínico, vegetal, mineral ou sintético e tensoativos emulsificantes. A fim de formar dispersões aquosas estáveis, o auxiliar de liberação é tipicamente formulado com um ou mais tensoativos tais como ácidos graxos, álcoois alcoxilados, ácidos graxos alcoxilados, e outros ainda. O auxiliar de liberação pode ser aplicado ao cilindro de encrespamento antes ou depois da composição adesiva, ou pode ser formulado com o adesivo para a aplicação ao cilindro de encrespamento.

As composições adesivas da presente invenção podem também ser utilizadas em combinação com os aditivos funcionais utilizados no estado da técnica para incrementar a maciez do tecido ou da toalha. Os aditivos funcionais representativos incluem sais quaternários orgânicos que têm cadeias graxas de aproximadamente 12 a aproximadamente 22 átomos de carbono incluindo sais quaternários de dialquil imidazolínio, sais quaternários de dialquil diamidoamina, sais quaternários de monoalquil trimetilamônio, sais quaternários de dialquil dimetilamônio, sais quaternários de

trialquil monometilamônio, sais quaternários etoxilados, sais quaternários de éster de dialquila e trialquila, e outros ainda. Aditivos funcionais apropriados adicionais incluem polisiloxanos, silicões quaternários, polisiloxanos organoreativos, polidimetilsiloxanos amino-funcionais, e outros ainda. Em uma realização, os aditivos funcionais são selecionados entre os sais quaternários de dialquilimidazolínio e os silicões quaternários.

Em uma realização, os aditivos funcionais são formulados com a composição adesiva da presente invenção para a aplicação ao cilindro de encrespamento.

As aplicações de aspersão descritas acima também podem ser melhoradas por uma variedade de meios, por exemplo, ao utilizar lanças de aspersão destinadas a cobertura dupla ou tripla, mediante a oscilação da lança de aspersão e a recirculação da composição auxiliar de encrespamento diluída da saída da lança de aspersão para melhorar a misturação e reduzir a possibilidade de separação. A aplicação visada da composição de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida também pode ser realizada ao utilizar o método e o aparelho descritos no documento PCT 2004031475.

Alternativamente, a composição de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida, os aditivos funcionais e/ou o auxiliar de liberação podem ser aplicados ao cilindro de encrespamento mediante o uso de atomização de ar (ou gás), a não como soluções aquosas.

O acima exposto pode ser melhor compreendido mediante referência aos seguintes exemplos, que são apresentados para finalidades de ilustração e não se prestam a limitar o âmbito da invenção.

Exemplo 1

Preparação do polímero de ácido adípico-dietilenotriamina.

Em um frasco de reação de 1.000 ml, são carregados 204,3 g de dietilenotriamina. O reator é purgado com nitrogênio e 50 g de água, 4,0 g de ácido sulfúrico e 295,2 g de ácido adípico são carregados no reator enquanto a mistura
5 é aquecida até 165°C. A água é coletada através de um condensador. A mistura de reação é mantida a 165°C por cinco horas. Um vácuo opcional é aplicado para aumentar o peso molecular do polímero. Água (423,5 g) é então adicionada lentamente no reator com agitação, para se obter uma solução
10 de polímero de poliaminoamida a 50%.

Exemplo 2

Preparação da resina de ácido adípico-dietilenotriamina-epicloroidrina

Em um reator de 500 ml são carregados 114 g de
15 poliamida (solução a 50%, preparada tal como no Exemplo 1) e 283 g de água. A solução é purgada com nitrogênio. A mistura é aquecida até 50°C e 3,0 de epicloroidrina são adicionados no reator. A temperatura é mantida em 50°C e a viscosidade do produto é monitorada a cada trinta minutos. A reação é
20 interrompida quando a viscosidade do produto atinge 30 cps (25°C, eixo #2 a 30 rpm) mediante a adição de 16,3 g de ácido sulfúrico a 15%. O pH final é ajustado em 3,5 com ácido sulfúrico.

Exemplo 3

25 Preparação de uma composição aquosa de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida.

Em um béquer de 1.500 ml são carregados uma resina de poliaminoamida-epicloroidrina (349,75 g), preparada tal como no Exemplo 2, poliaminoamida (147,97 g), preparada tal
30 como no Exemplo 1, e glicerol (27,98 g). A mistura é misturada até ficar homogênea e o pH é ajustado em 4,0 com ácido fosfórico a 85%.

Exemplo 4

Aderência e força de desprendimento.

A aderência propiciada pelas formulações da presente invenção é medida por meio de um teste de aderência de desprendimento. Este teste mede a força requerida para desprender uma tira de algodão de uma placa de metal aquecida. Primeiramente, a composição adesiva, a 15% de componentes ativos, é aplicada ao painel de metal por meio de um bastão de revestimento #40. A placa de metal é aquecida até 100°C e neste ponto uma tira de algodão úmida (para a aderência a úmido) ou seca (para a aderência a seco) é pressionada na película por meio de um rolo cilíndrico de 1,9 kg. Depois que a tira é aplicada, a placa de metal é colocada em um forno a 105°C por quinze minutos para secar a tira. A placa de metal é então presa em um aparelho de teste de tensão. Uma extremidade do pano de algodão é presa no aperto pneumático do testador e o pano é desprendido do painel a um ângulo de 180 graus e a uma velocidade constante. Durante o desprendimento, a placa de metal é controlada até uma temperatura de 100°C. Uma comparação da aderência e força de desprendimento para uma composição representativa de resina de poliaminoamida-epicloroidrina/poliamida e uma composição representativa tal como descrito na patente norte-americana n°. 6.277.242 é mostrada na Tabela 1. Na Tabela 1, PAE refere-se à resina de poliaminoamida-epicloroidrina e PA refere-se à poliamida.

Tabela 1

Dados da Aderência e Força de Desprendimento

Fração de PAE-I na mistura (% em peso do total de componentes ativos de polímero)	PAE-I + PA (a presente invenção)	PAE-I + PAE-II (representativo da patente U.S. nº. 6.277.242)
12,5	-	182
18,8	-	409

250,	658	504
31,3	784	386
37,5	877	355
43,8	563	-
50,0	368	-

Conforme mostrado na Tabela 1, a composição da presente invenção, uma mistura de uma resina de PAE com poliamida (PAE-I + PA), mostra uma aderência de desprendimento mais alta do que a composição da patente norte-americana n°. 6.277.242, onde duas resinas de PAE (PAE-I + PAE-II) são utilizadas.

Exemplo 5

Temperatura de transição vítrea (T_g).

Um calorímetro de varredura diferencial DSC TA 2920 (TA Instruments, New Castle, DE) é utilizado para medir a temperatura de transição vítrea das composições de polímero representativas. As amostras de polímero são preparadas ao vazar as películas a 105°C. O instrumento de DSC é calibrado com um padrão de índio. O tamanho de amostra para a análise de DSC é de aproximadamente 10-15 mg. A amostra é aquecida a uma razão de aquecimento de 100 C/min. A temperatura de transição vítrea do polímero é determinada da segunda varredura ao utilizar um método de meia altura.

Exemplo 6

Módulo de armazenagem de cisalhamento (G').

O módulo de armazenagem de cisalhamento é determinado ao utilizar um reômetro AR2000 (TA Instruments, New Castle, DE). As amostras são preparadas ao vazar uma película de uma solução de polímero a 5% (peso/peso). As amostras são secadas em um forno a 95°C durante toda a noite. A película resultante é perfurada com uma matriz (8 mm de diâmetro) para obter um disco de amostra. Os discos são secados em um forno a vácuo a 110°C por duas horas e armazenados em um dessecador

antes do uso. A geometria utilizada para a análise consiste em placas paralelas de aço inoxidável de 8 mm. O módulo de armazenagem de cisalhamento é determinado a 110°C, 1 Hz e uma tensão de 0,1% no modo de oscilação. Os dados da força de desprendimento, os dados da temperatura de transição vítrea e os dados do módulo de armazenagem de cisalhamento para as composições adesivas representativas são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2

10 Dados da caracterização e da força de desprendimento para os adesivos Yankee.

Amostra	% de componentes ativos de polímero	% de glicerol (com base no produto)	pH	Força de desprendimento (g/pol)		Tg (°C)	G' a 110°C e 1 Hz (kPa)
				Pegajosidade a úmido	Pegajosidade a seco		
PAE-I + PA (a presente invenção)	15,0	0	7	877	0	63	710
PAE-I + PA modificado com glicerol	15,0	3	7	1.053	188	33	32
PAE-I	15,0	0	7	117	0	91	3.700
PAE-I modificado com glicerol	15,0	3	7	102	113	30	230
PAE-III	14,9	0	7	480	0	76	1.300
PAE-III modificado com	14,9	3	7	57	62	26	46

glicerol							
----------	--	--	--	--	--	--	--

PA: poliamida.

PAE-I: uma resina de poliaminoamida-epicloroidrina com uma razão molar de epi/amina de ~0,15.

5 PAE-III: uma resina de poliaminoamida-epicloroidrina com uma razão molar de epi/amina de ~0,10.

As propriedades e os dados da aderência e força de desprendimento para uma composição representativa da presente invenção são comparados com os adesivos comerciais de PAE, PAE-I e PAE-III. O adesivo da presente invenção confere uma
 10 força de desprendimento significativamente mais alta em comparação às resinas de PAE utilizadas em adesivos de encrespamento convencionais. A temperatura de transição vítrea (T_g) do adesivo da presente invenção também é significativamente mais baixa do que aquela das resinas
 15 convencionais. Os dados do módulo de armazenagem de cisalhamento (G') que podem ser bastante proximamente relacionados à maciez das películas adesivas demonstram que o adesivo da presente invenção é muito mais macio sob condições muito secas em comparação com as resinas de PAE
 20 convencionais.

A adição de glicerol aumenta ainda mais a aderência e abaixa drasticamente a T_g e o G' e, ao mesmo nível do glicerol (3%, com base no produto), o adesivo da presente invenção ainda confere uma aderência muito mais elevada e um
 25 G' significativamente mais baixo.

Mudanças podem ser feitas na composição, na operação, e no arranjo do método da invenção aqui descrita sem que se desvie do conceito e do âmbito da invenção conforme definido nas reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. COMPOSIÇÃO, caracterizada pelo fato de compreender uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de
5 aproximadamente 1:99 a aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do polímero.

2. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina são preparadas ao reagir uma poliaminoamida
10 preparada mediante a reação de um ou mais derivados de ácido dicarboxílico alifático ou aromático com uma ou mais polialquileno poliaminas a uma razão molar de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 1,4:1 com aproximadamente 0,01 a
15 base nos grupos amino secundários da poliaminoamida, e a poliamida é preparada ao reagir um ou mais derivados de ácido dicarboxílico alifático ou aromático com uma ou mais polialquileno poliaminas a uma razão molar de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 1,4:1.

20 3. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 10.000 a aproximadamente 5.000.000 Daltons e as poliamidas têm um peso molecular médio ponderal de
25 aproximadamente 500 a aproximadamente 500.000 Daltons.

4. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que a epihaloidrina é epicloroidrina.

30 5. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 50.000 a aproximadamente 2.000.000 Daltons e as poliamidas têm um peso molecular médio ponderal de 500 a

aproximadamente 500.000 Daltons.

6. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 5, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina são preparadas ao reagir a poliaminoamida com
5 aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,8 equivalente molar de epicloroidrina, com base nos grupos amino secundários da poliaminoamida.

7. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de que a poliaminoamida é o produto
10 da reação de dietileno triamina e um derivado de ácido dicarboxílico selecionado entre o ácido adípico, o ácido glutárico, o éster dibásico de DBD-2, o glutarato de dimetila e o adipato de dimetila, ou uma mistura destes.

8. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que a poliamida é o produto da
15 reação de dietileno triamina e um ou mais derivados de ácido dicarboxílico selecionados entre o éster dibásico de DBE-2, o ácido adípico, o ácido glutárico, o glutarato de dimetila e o adipato de dimetila, ou uma mistura destes.

9. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que a poliaminoamida é preparada
20 ao reagir os derivados de ácido dicarboxílico com polialquileno poliaminas a razão molar de aproximadamente 0,9:1 a aproximadamente 1:0,9, e a poliamida é preparada ao reagir os derivados de ácido dicarboxílico com as
25 polialquileno poliaminas a uma razão molar de aproximadamente 0,9:1 a aproximadamente 1:0,9.

10. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 9, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e
30 epihaloidrina são preparadas ao reagir a poliaminoamida com aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,3 equivalente molar de epicloroidrina, com base nos grupos amino secundários da poliaminoamida.

11. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 10, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 50.000 a aproximadamente 2.000.000 Daltons e a poliamida tem um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 50.000 Daltons.

12. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 11, caracterizada pelo fato de compreender uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 10:90 a aproximadamente 95:5 com base nos componentes ativos do polímero.

13. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 12, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 100.000 a aproximadamente 1.000.000 Daltons e a poliamida tem um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 20.000 Daltons.

14. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 13, caracterizada pelo fato de que a resina de poliaminoamida e epihaloidrina é um terpolímero de ácido glutárico, dietileno triamina, e epicloroidrina, e a poliamida é um copolímero de ácido adípico e dietileno triamina.

15. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 14, caracterizada pelo fato de que as resinas de poliaminoamida e epihaloidrina têm um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 100.000 a aproximadamente 1.000.000 Daltons e a poliamida tem um peso molecular médio ponderal de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 20.000 Daltons.

16. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 15, caracterizada pelo fato de compreender uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 10:90 a aproximadamente 95:5 com base nos componentes ativos do polímero.

17. COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO AQUOSA, caracterizada pelo fato de compreender aproximadamente 0,01 a aproximadamente 50 por cento em peso da composição de acordo com a reivindicação 1 e aproximadamente 99,99 a aproximadamente 50 por cento em peso de água.

18. COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO AQUOSA, de acordo com a reivindicação 17, caracterizada pelo fato de ter um pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 7.

19. COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO AQUOSA, de acordo com a reivindicação 17, caracterizada pelo fato de ter um pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 6.

20. COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO AQUOSA, de acordo com a reivindicação 17, caracterizada pelo fato de compreender adicionalmente um ou mais sais de fosfato, um ou mais polióis, ou uma mistura destes.

21. COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO AQUOSA, de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que o poliol é o glicerol e o sal de fosfato é selecionado entre o fosfato de monoamônio, o fosfato de diamônio, os sais de fosfato formados in situ ao ajustar o pH da composição de encrespamento com ácido fosfórico, e as misturas destes.

22. MÉTODO DE ENCRESPAMENTO DE UMA REDE DE PAPEL, caracterizado pelo fato de compreender:

a) a aplicação, a um cilindro encrespamento rotativo, de uma composição adesiva que compreende uma ou mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais poliamidas a uma razão de aproximadamente 1:99 a aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do polímero;

b) a compressão da rede de papel de encontro ao cilindro de encrespamento para efetuar a aderência da rede de papel ao cilindro de encrespamento; e

c) a retirada da rede de papel do cilindro de

encrespamento com uma lâmina de aplicação.

RESUMOCOMPOSIÇÃO, COMPOSIÇÃO ADESIVA DE ENCRESPAMENTO
AQUOSA E MÉTODO DE ENCRESPAMENTO DE UMA REDE DE PAPEL

Trata-se de uma composição que compreende uma ou
5 mais resinas de poliaminoamida e epihaloidrina e uma ou mais
poliamidas a uma razão de aproximadamente 1:99 a
aproximadamente 99:1 com base nos componentes ativos do
polímero, e o uso da composição para o encrespamento de redes
de papel.