



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 307 485**

51 Int. Cl.:
D21H 21/22 (2006.01)
D21H 21/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **00309139 .4**
96 Fecha de presentación : **17.10.2000**
97 Número de publicación de la solicitud: **1094155**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.04.2001**

54 Título: **Composición suavizante para papel tisú.**

30 Prioridad: **20.10.1999 US 421542**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2008

73 Titular/es: **Georgia-Pacific Consumer Products L.P.**
133 Peachtree Street, N.E.
Atlanta, Georgia 30303, US

72 Inventor/es: **Oriaran, T. Philips;**
Awofeso, Anthony O.;
Luu, Nga Thuy;
Schroeder, Gary L.;
White, David W. y
Kokko, Bruce J.

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición suavizante para papel tisú.

5 Esta invención se refiere a productos de papel en general (por ejemplo, toallas de papel, tisús faciales, servilletas y tisús sanitarios (higiénicos)), y más particularmente a productos de papel tisú que se han preparado usando un suavizante de iones emparejados. La invención también se refiere a procedimientos usados para la fabricación de tales papeles tisú.

10 Antecedentes de la invención

Durante algún tiempo, los fabricantes de papel han buscado formas para fabricar papeles tisú que fueran suaves, pero que todavía tuvieran suficiente resistencia.

15 La patente de EE.UU. n° 3.556.931 describe tratar una hoja de papel con un agente desligante de sal de amonio cuaternario para suavizar la hoja. El agente desligante se pulveriza sobre la hoja antes de pasar la hoja por una secadora.

20 Las patentes de EE.UU. n° 4.351.699 y 4.441.962 describen la adición de un compuesto de amonio cuaternario, y al menos un tensioactivo no iónico especificado, a una composición acuosa de fabricación de papel para fabricar productos absorbentes suaves tales como toallas de papel. Se dice que la adición de sólo agentes desligantes de amonio cuaternario potencia la suavidad, pero también disminuirá la absorbencia. Los tensioactivos no iónicos se añaden para vencer el problema de la reducida absorbencia.

25 La patente de EE.UU. n° 4.940.513 describe tratar papel tisú con un tensioactivo no catiónico para conferir suavidad. Se dice que los tensioactivos no catiónicos incluyen tensioactivos aniónicos, no iónicos, anfóteros y de ión bipolar. Los tensioactivos no catiónicos se pulverizan preferentemente sobre la banda de tisú húmeda a medida que recorre la máquina de fabricación de papel.

30 Las patentes de EE.UU. n° 5.217.576; 5.223.096; 5.240.562; 5.262.007; y 5.279.767 describen el uso de agentes desligantes de compuestos de amonio cuaternario para suavizar papel tisú. Los tensioactivos aniónicos se describen como componentes opcionales que pueden añadirse a la composición de fabricación de papel siempre y cuando no afecten significativamente y adversamente las acciones potenciadoras de suavidad, absorbencia y resistencia en húmedo de los productos químicos requeridos.

35 La patente de EE.UU. n° 5.494.731 describe papeles tisú que han sido tratados con ciertos suavizantes no iónicos. La parte de antecedentes de este documento describe ciertas desventajas de usar agentes desligantes catiónicos.

40 Se han observado numerosos problemas con los papeles tisú disponibles. Por ejemplo, la suavidad y la resistencia son dos atributos importantes de productos de tisú y de toalla. Sin embargo, normalmente uno de estos atributos se potencia a expensas del otro.

45 Una técnica eficaz para potenciar la suavidad de productos de tisú y de toalla es la adición de suavizantes o desligantes catiónicos a la composición de fabricación de fibra a partir de la que se fabrica el tisú o toalla en el extremo húmedo del sistema de fabricación de papel. Desafortunadamente, la adición de desligantes catiónicos a la composición de fabricación de fibra en el extremo húmedo da frecuentemente como resultado una reducción significativa de la resistencia a la tracción (por ejemplo, del 15-50% dependiendo de la cantidad añadida y el momento de adición). Normalmente, la composición de fabricación a la que se añaden los desligantes se somete entonces a refino o adición de aditivos de resistencia en seco para anular la reducción de resistencia que se produce debido a la adición del desligante. Sin embargo, tales tratamientos anulan frecuentemente los beneficios de suavidad conferidos por la adición del desligante. Dependiendo del tipo de desligantes añadidos, la tasa de absorbencia de los productos de tisú y de toalla también puede disminuir debido a los grupos hidrófobos asociados con las diversas formulaciones de desligante.

55 Los desligantes catiónicos, debido a su carga positiva, se retienen sobre la fibra. Por otra parte, los suavizantes y tensioactivos aniónicos, debido a que tienen la misma carga que la fibra, no se retienen suficientemente sobre la fibra cuando se añaden al extremo húmedo del procedimiento de fabricación de papel. Como tales, normalmente no funcionan eficazmente como suavizantes. Sin embargo, contribuyen a la deposición y espumación significativa en el extremo húmedo, que es perjudicial para el funcionamiento de la máquina de papel.

60 Por consiguiente, un objeto de la invención es proporcionar un producto de papel tisú de suavidad, resistencia y absorbencia mejoradas. También es un objeto proporcionar un procedimiento de fabricación para un producto de papel tisú tal en el que se reduzca o se elimina totalmente la generación de espuma.

Resumen de la invención

65 Se han resuelto los problemas anteriormente mencionados mediante el descubrimiento y el desarrollo de un aditivo suavizante que puede potenciar la suavidad con mínima pérdida de resistencia, que no retardará la absorbencia; y que no espumará significativamente cuando se incorpore a la composición de fabricación en el extremo húmedo del sistema de fabricación de papel.

Se ha descubierto lo que se denomina un sistema suavizante de iones emparejados. Por tanto, la invención se refiere a un sistema suavizante para papel tisú que comprende una mezcla de iones emparejados de un tensioactivo aniónico y un compuesto anfílico catiónico, formulándose el sistema suavizante de forma que la densidad de carga de la mezcla de tensioactivo aniónico/compuesto anfílico catiónico será aproximadamente neutra.

En otra realización se proporciona un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave que comprende las etapas de formar una composición acuosa de fabricación de papel, depositar la composición de fabricación sobre una superficie provista de orificios y eliminar el agua de la composición de fabricación. A la composición de fabricación o banda se añade un sistema suavizante de iones emparejados según la invención.

Breve descripción del dibujo

La figura 1 es una representación de las densidades de carga de los sistemas emparejados de los ejemplos 1-11 frente a un título de muestra.

La figura 2 ilustra gráficamente cambios en el tamaño de partícula de los sistemas emparejados de los ejemplos 2-11.

La figura 3 también ilustra gráficamente cambios en el tamaño de partícula de los sistemas emparejados de los ejemplos 2-11.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

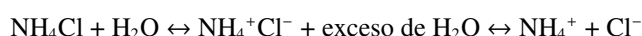
Usando el sistema suavizante de la invención pueden fabricarse diversos tipos de productos de papel tisú. Éstos incluirían toallas de papel, servilletas, tisús faciales y tisús sanitarios (higiénicos).

Los sistemas de suavizante de la invención pueden usarse con cualquier técnica para preparar productos de papel tisú. Por ejemplo, primero puede prepararse una banda de papel tisú depositando una composición de fabricación de papel sobre un alambre formador provisto de orificios, también conocido como alambre Fourdrinier, para proporcionar una banda. Entonces, la banda puede desecarse prensando la banda y secando a temperaturas elevadas. En un procedimiento típico puede proporcionarse una composición de fabricación de pasta de baja consistencia desde una caja de entrada presurizada. La caja de entrada tendrá una abertura para suministrar un fino depósito de composición de fabricación de pasta sobre el alambre Fourdrinier para formar una banda húmeda. Entonces, la banda se desecará hasta una consistencia de fibras de entre aproximadamente el 7% y aproximadamente el 25% (basado en el peso total de la banda) por desecado a vacío y se secará adicionalmente mediante operaciones de prensado en las que la banda se someterá a la presión desarrollada por miembros mecánicos opuestos tales como rodillos cilíndricos. Entonces, la banda desecada puede prensarse adicionalmente y secarse por un aparato de tambores de vapor conocido en la técnica como una secadora Yankee. Puede desarrollarse presión en la secadora Yankee por medios mecánicos tales como un tambor cilíndrico opuesto contra la banda. Pueden emplearse múltiples tambores de secadora Yankee para prensar adicionalmente, si es necesario o deseable. También puede usarse procesamiento posterior tal como crespado, calandrado y/o bobinado, etc., para aumentar adicionalmente el alargamiento, carga y suavidad y para controlar el espesor.

Los sistemas de suavizante de la invención serán reconocidos por aquellos expertos en la materia por ser útiles a propósito de la producción de muchos tipos de productos de papel tisú. Por tanto, pueden usarse, por ejemplo, para preparar papeles tisú convencionalmente prensados con fieltros; papel tisú comprimido con modelo de alto contenido de cargas y papeles tisú sin compactar con alto contenido de cargas. El papel tisú puede ser de construcción homogénea o multicapa; y los productos de papel tisú fabricados a partir de la misma pueden ser de construcción monocapa o multicapa. Los papeles tisú anteriormente mencionados, y sus procedimientos de fabricación, se describen en detalle en la patente de EE.UU. n° 5.494.731.

Para la invención también pueden utilizarse fibras convencionales para la fabricación de papel. Se prefieren aquellas derivadas de pasta de madera, aunque también pueden usarse fibras sintéticas y fibras preparadas a partir de otras pastas fibrosas celulósicas. Pastas de madera aplicables incluyen, entre otras, pastas químicas y pastas mecánicas.

La terminología “par iónico” como se usa a propósito de esta invención se refiere a la estrecha yuxtaposición de dos especies químicas opuestamente cargadas. Un ejemplo sencillo de ese fenómeno es cuando una molécula iónica, por ejemplo, cloruro de amonio (NH_4Cl), se disuelve en agua.



La especie inicialmente formada es un par iónico. Sin embargo, la molécula de agua tiene un carácter dipolar debido a los ángulos de enlace entre el oxígeno y los hidrógenos y los restos aniónicos y catiónicos quedan rodeados por moléculas de agua de hidratación. El grado de hidratación está influido por la intensidad del campo eléctrico que emana del ión. Los dipolos del agua de hidratación reducen la atracción electrostática entre el par iónico inicialmente formado, resultando así la completa disociación en iones hidratados libres.

La introducción de restos de hidrocarburo pobremente hidratado, por ejemplo, alquilo, alqueno, arilalquilo, etc., en la estructura química de la molécula iónica en lugar de los hidrógenos reduciría el grado global de hidratación de las especies catiónicas y lo localizaría alrededor de la parte iónica de la molécula. Estos iones anfílicos son los iones preferidos para los pares iónicos de esta invención.

Hay un gran número de tensioactivos aniónicos, y un gran número de compuestos catiónicos, que son potencialmente adecuados para uso a propósito de la invención, siempre que estén electrovalentemente emparejados de forma adecuada. El tensioactivo aniónico preferido para uso a propósito de la invención es un alquenoilefinsulfonato (AOS) que tiene de 8 a 22 átomos de carbono, más preferentemente de 12 a 18 átomos de carbono, y lo más preferido un total de al menos aproximadamente 16 átomos de carbono. Un AOS preferido es un alfa-olefinsulfonato de sodio que tiene la fórmula $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)\text{SO}_3^-\text{Na}^+$.

Un tensioactivo aniónico comercialmente disponible preferido es un alquenoilefinsulfonato conocido como Witconate[®] AOS, disponible de Witco. Witconate[®] AOS es un alquenoilefinsulfonato que contiene una fracción C₁₆. Se ha observado que la fracción C₁₆ de Witconate[®] AOS se conserva selectivamente en la hoja de tisú a favor de la fracción C₁₄. Esto sugiere que deberían usarse tensioactivos aniónicos con fracciones C₁₆ o superiores.

Ejemplos de otros tensioactivos aniónicos posibles incluyen, por ejemplo, carboxilatos tales como etoxilatos carboximetilados, y derivados de aminoácidos, sulfonatos tales como alquilbencenosulfonatos, alquilnaftalenosulfonatos, alcanosulfonatos, α -olefinsulfonatos, ésteres de ácidos α -sulfónicos grasos, sulfosuccinatos y alcóxialcano, aciloxialcano y acilaminoalcanosulfonatos, sulfatos tales como alquilsulfatos y étersulfatos, alquilsulfatos y tensioactivos de silicona aniónicos.

El agente catiónico preferido es un compuesto de imidazolinio. Un ejemplo preferido de un compuesto tal es metilsulfato de 3-metil-2-sebo-1-(2-seboamidoetil)imidazolinio. Sin embargo, también pueden usarse otros basados en cadenas grasas distintas de sebo, por ejemplo, cetilo, palmitilo, estearilo, behenilo, oleílo y mezclas de los mismos. Por consiguiente, el suavizante preferido de la invención proporciona pares iónicos formados a partir de una mezcla de metilsulfato de 3-metil-2-sebo-1-(2-seboamidoetil)imidazolinio (Im^+) y un alquenoilefinsulfonato (AOS) de metal alcalino en el que la relación molar Im^+/AOS es aproximadamente 1.

Un agente catiónico comercialmente disponible preferido es Varisoft[®] 475, un producto que incluye metilsulfato de 3-metil-2-sebo-1-(2-seboamidoetil)imidazolinio y está disponible de Witco Chemical Company of Greenwich, Connecticut.

Como se observa anteriormente, es posible formar sistemas suavizantes de pares iónicos entre otras clases de compuestos catiónicos y aniónicos dependiendo de la valencia de los iones opuestamente cargados. Por ejemplo, los cationes de las siguientes clases de compuestos pueden emparejarse electrovalentemente con los aniones de diferentes tensioactivos: amidas de aminas grasas catiónicas, compuestos de dialquildimetilamonio cuaternario, compuestos de amonio cuaternario basados en diamidoaminas, compuestos de amonio cuaternario basados en monometiltrialquilo, compuestos de monoalquiltrimetilamonio cuaternario, compuestos de tetraalquilamonio cuaternario, compuestos de metildialcoxilalquilamonio cuaternario y compuestos de silicona catiónicos.

Aunque existen numerosos candidatos, el tensioactivo aniónico y el compuesto catiónico deben seleccionarse y mezclarse de un modo que se minimice la disociación a iones libres de los tensioactivos aniónicos y compuestos catiónicos. Por tanto, una mezcla equimolar (1:1) de un tensioactivo aniónico y un compuesto catiónico usado según la invención debe cumplir la siguiente fórmula en la que $\text{Peso mol.}_{(\text{CC})}$ y $\text{Peso mol.}_{(\text{TA})}$ se refieren al peso molecular del compuesto catiónico y el tensioactivo aniónico, respectivamente, y $\text{Peso } (\%)_{(\text{CC})}$ y $\text{Peso } (\%)_{(\text{TA})}$ son el porcentaje en peso del compuesto catiónico y el tensioactivo aniónico, respectivamente.

$$\frac{\text{Peso mol.}_{(\text{CC})}}{\text{Peso mol.}_{(\text{TA})}} = \frac{\text{Peso } (\%)_{(\text{CC})}}{\text{Peso } (\%)_{(\text{TA})}} \quad (\text{I})$$

Si las moléculas opuestamente cargadas del tensioactivo aniónico y del compuesto catiónico están en estrecha asociación y forman un par iónico debido a la atracción iónica o electrovalente, entonces la densidad de carga del par tensioactivo aniónico/compuesto catiónico será aproximadamente neutra, y cumple sustancialmente la siguiente fórmula, en la que [TA] y [CC] son las concentraciones (% en peso) del tensioactivo aniónico y el compuesto catiónico, respectivamente, y DC representa la densidad de carga expresada en términos de meq/g.

$$([(\text{TA})](\text{DC}_{(\text{TA})}) + [(\text{CC})](\text{DC}_{(\text{CC})})) = \text{DC}_{(\text{PAR})} = 0 \quad (\text{II})$$

Las densidades de carga pueden determinarse usando cargas valorables de disoluciones de tensioactivo aniónico y compuesto catiónico, y las mezclas de tensioactivo aniónico/compuesto catiónico. Las muestras pueden valorarse con PVSK (sal potásica de poli(sulfato de vinilo)) o DADMAC (poli(cloruro de dialildimetilamonio)) usando un detector

de corriente de flujo Mutek PCD-02 como detector del punto final de la valoración. Estas pruebas darán una medida de la carga residual llevada por las partículas asociadas en cada muestra.

La fórmula (I) y la fórmula (II) anteriores proporcionan a aquellos expertos en la técnica herramientas de formulación para lograr sistemas suavizantes de iones emparejados de mezclas prácticamente equimolares y prácticamente neutras del tensioactivo aniónico y compuesto catiónico. Aunque se prefiere que las mezclas sean exactamente equimolares y tengan una densidad de carga exactamente neutra, cuando se usan en la práctica pueden esperarse ligeras variaciones de exactamente equimolar y neutro. Sin embargo, se considera que estas mezclas están dentro del alcance de la invención ya que todavía pueden obtenerse mejoras y ventajas de la invención. Un ejemplo de esto sería la combinación del Witconate® AOS anteriormente mencionado y Varisoft® 475 a una relación molar de Witconate® AOS/Varisoft® 475 de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5, y más preferentemente de aproximadamente 0,75 a aproximadamente 1,25; siendo 1,0 la más preferida.

Como se indica anteriormente, los suavizantes y tensioactivos aniónicos, debido a que tienen la misma carga que la fibra, no se retienen adecuadamente sobre la fibra cuando se añaden al extremo húmedo. Como tales, normalmente no son suavizantes eficaces. Emparejamientos iónicos apropiados entre el tensioactivo aniónico y el compuesto catiónico deben dar como resultado un complejo de mayor tamaño de partícula. Como tal, este mayor tamaño de partícula debe potenciar la retención del tensioactivo aniónico en la hoja de papel tisú. El cambio en el tamaño de partícula puede indicarse midiendo la luz dispersada por un intervalo de mezclas de tensioactivo aniónico/compuesto catiónico a una longitud de onda conocida. El tamaño de partícula del complejo de iones emparejados variará dependiendo del tensioactivo aniónico particular y los agentes catiónicos que se usan.

La cantidad de tensioactivo aniónico retenido en un producto de papel tisú preparado según la invención puede determinarse, por ejemplo, usando un agente de extracción de metanol/agua para extraer el tensioactivo aniónico. Luego puede usarse cromatografía líquida usando un detector de índice de refracción para analizar el extracto para la concentración de tensioactivo aniónico. Entonces, la retención puede expresarse como un porcentaje de la cantidad inicial de tensioactivo aniónico añadido. Los productos de papel tisú preparados según la invención pueden presentar una retención de aproximadamente el 20 a aproximadamente el 90%, preferentemente de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 80%, y más preferentemente de aproximadamente el 50 a aproximadamente 70%, de la cantidad inicial de tensioactivo aniónico añadido.

Por su propia naturaleza y función, los desligantes catiónicos disminuirán la resistencia a la tracción de una banda de papel debilitando los enlaces entre fibras en la banda. Aunque se desea cierto debilitamiento para conseguir la suavidad deseada, no se desea disminuir tanto la resistencia ya que es necesaria la potenciación de la resistencia. Sin embargo, los tisús suavizados usando desligantes catiónicos normalmente requieren algún modo de potenciación de la resistencia. Cuando se usan suavizantes de iones apropiadamente emparejados según la invención, se ha observado que la degradación de la resistencia a la tracción puede reducirse respecto a la obtenida con desligantes catiónicos. Es decir, la cantidad de desligante asociado con los suavizantes de iones emparejados puede ser inferior a la cantidad de desligante obtenido con agentes desligantes catiónicos típicos. Aunque no se desea ceñirse a ninguna teoría, esta característica también se atribuye a la partícula de mayor tamaño del par iónico. En comparación con un agente desligante convencional, la partícula de mayor tamaño del par iónico ocupará menos área superficial de la banda por unidad de masa que el desligante convencional. La partícula de mayor tamaño reduce el área superficial de la banda disponible para la inhibición del enlace. Es decir, el par iónico reduce eficazmente la actividad desligante del componente catiónico del par iónico inmovilizando la cadena de alquilo de manera que no pueda desligarse de la fibra. Como resultado, otra ventaja de la invención es que puede ser innecesario el uso de adyuvantes de potenciación de la resistencia, por ejemplo, aditivos de resistencia en seco.

Otro problema con los tensioactivos aniónicos típicos es que contribuyen a la deposición y espumación significativa en el extremo húmedo que es perjudicial para el funcionamiento de la máquina de papel. Puede esperarse una reducción en, o la eliminación de, la espumación usando un sistema suavizante según la invención cuando se añade a la composición de fabricación de fibra en el extremo húmedo del procedimiento. Es decir, emparejamientos iónicos apropiados entre el tensioactivo aniónico y el compuesto catiónico aumentarán la tensión superficial hasta niveles significativamente superiores a aquellos obtenidos cuando se usa el tensioactivo aniónico solo, o una mezcla sin equilibrar de tensioactivo aniónico y compuesto catiónico. En una realización preferida de la invención se usan emparejamientos iónicos equilibrados del sistema suavizante para controlar la tensión superficial de forma que la tensión superficial de la disolución formadora de hojas (disolución de pasta de papel) permanezca por encima de aproximadamente 0,6 N/m y más preferentemente por encima de aproximadamente 0,7 N/m. Si el par iónico no está equilibrado, se ha observado que la tensión superficial cae significativamente por debajo de 0,6 N/m.

Cuando se preparan bandas de papel tisú usando sistemas de suavizante de iones emparejados de la invención prácticamente no resultará espumación del uso del tensioactivo aniónico. Que un sistema suavizante de iones emparejados particular proporcione esa ventaja puede determinarse mediante una sencilla "prueba de altura de espuma" ("la prueba de altura de espuma"). Es decir, pueden crearse 100 ml de disoluciones de muestra y someterse a batido en una mezcladora Waring a 7 amperios durante 30 segundos. Las muestras de prueba batidas deben verse entonces en una probeta graduada de vidrio de 500 ml y se registra el volumen de espuma en mililitros (ml). En las condiciones de esta prueba, los sistemas de suavizante de iones emparejados según esta invención deben presentar un volumen de espuma no superior a aproximadamente 40 ml, preferentemente no superior a aproximadamente 10 ml, y más preferentemente no superior a aproximadamente 2 ml.

ES 2 307 485 T3

Los emparejamientos iónicos apropiados también pueden resolver los problemas de absorbencia encontrados con
tisús preparados usando desligantes catiónicos. La tasa de absorbencia de los productos de tisú y de toalla puede
disminuir debido a los grupos hidrófobos asociados con las diversas formulaciones de desligantes catiónicos. Las
propiedades hidrófilas asociadas con la parte de tensioactivo aniónico del par compensarán la presencia de los grupos
5 hidrófobos y, por tanto, potenciarán la absorbencia del producto.

Cualquier cadena de ácido graso presente en los tensioactivos aniónicos y compuestos catiónicos retenidos también
puede proporcionar un beneficio. Es decir, los emparejamientos iónicos apropiados y la retención resultante del ten-
sioactivo aniónico y compuesto catiónico que contienen cadenas de ácido graso aumentarán la lubricidad y posterior
10 suavidad sentida en la mano en el producto final.

Se prefiere que los sistemas de suavizante según la invención se añadan a la composición de fabricación en el
extremo húmedo antes de la secadora Yankee. Los suavizantes de iones emparejados pueden aplicarse en diferentes
momentos o en otras formas. Por ejemplo, pueden pulverizarse sobre la hoja antes del crespado, o después del cres-
pado. Sin embargo, es importante que el tensioactivo se retenga sobre la hoja. Por tanto, si el suavizante de iones
15 emparejados se añade antes del secado en la Yankee, la hoja debe ser ligeramente aniónica. Si se aplica después del
crespado, la carga no es importante.

La invención se ilustrará adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos. Sin embargo, los ejemplos se
20 dan a modo de ilustración y no pretenden limitar en ningún modo la invención.

Ejemplos 1-11

Espumación reducida

Se prepararon varias muestras de pares iónicos de dos iones opuestamente cargados de un agente desligante ca-
tiónico y un tensioactivo aniónico aumentando la concentración de un tensioactivo aniónico (Witconate AOS) en una
concentración constante de un compuesto de amonio cuaternario (Varisoft 475). Witconate AOS y Varisoft 475 están
disponibles de WITCO Chemical Corporation y ambos tienen fracciones de hidrocarburo que varían de C14-C18 y
30 concentraciones micelares críticas individuales (CMC) inferiores al 0,2% (peso).

El Varisoft 475 se preparó mediante dilución de un concentrado de Varisoft 475 al 6% hasta el 0,1%. La disolución
de Witconate AOS se preparó a partir de un concentrado de Witconate AOS al 40%. La concentración se expresa como
% en peso porque es independiente de la temperatura, es decir, la concentración será la misma a todas las temperaturas
35 y no dependerá de la expansión térmica de las disoluciones resultantes.

Estas formulaciones se usaron para comparar la altura de espuma. Las formulaciones de pares iónicos se probaron
para altura de espuma batiendo las muestras de prueba en una mezcladora Waring a 7 amperios durante 30 segundos.
Todas las formulaciones de pares iónicos tenían alturas de espuma (volumen) inferiores a 2 ml. A diferencia, Witconate
40 AOS solo presentó una altura de espuma de 20 ml, mientras que Varisoft 475 solo presentó una altura de espuma de
0 ml.

Se cree que la disminución de la espumación respecto al uso de sólo el tensioactivo aniónico se debe a un cambio
en la tensión superficial del sistema emparejado. Para demostrar el efecto del emparejamiento de iones en la tensión
45 superficial se realizó la prueba de tensión superficial dinámica en los sistemas emparejados usando un tensiómetro
Sensadyne 6000 según el procedimiento ASTM D 3825-90. Esta técnica usó diferenciales de presión medidos durante
la formación de burbujas de aire en las puntas de dos capilares de tamaño diferente para calcular la tensión superficial.
Los resultados se exponen a continuación en la tabla 1

50

(Tabla pasa a página siguiente)

55

60

65

ES 2 307 485 T3

TABLA 1

	% en peso de AOS	Tensión superficial en agua (N/m)	Tensión superficial en Varisoft 475 al 0,10%
Ejemplo 1	----	0,71	71,0
Ejemplo 2	0,01	0,66	70,95
Ejemplo 3	0,02	0,55	70,9
Ejemplo 4	0,03	no se prueba	70,8
Ejemplo 5	0,04	0,39	70,4
Ejemplo 6	0,05	no se prueba	70,0 (equimolar)
Ejemplo 7	0,06	no se prueba	69,5
Ejemplo 8	0,01	no se prueba	67,8
Ejemplo 9	0,08	no se prueba	66,1
Ejemplo 10	0,09	no se prueba	64,0
Ejemplo 11	0,10	0,38	61,8

Los resultados de los ejemplos 2-11 demuestran que, mediante yuxtaposición o emparejamiento de los aniones del tensioactivo Witconate AOS y el catión de un compuesto de amonio cuaternario, la tensión superficial del sistema emparejado es superior a la tensión superficial del tensioactivo aniónico solo.

Ejemplo 12

Confirmación de una densidad de carga neutra

La carga valorable de los sistemas emparejados Varisoft 475/Witconate AOS en los ejemplos 2-11 se midió mediante valoración de las muestras con PVSK (sal potásica de poli(sulfato de vinilo)) o DADMAC (poli(cloruro de dialildimetilamonio)) usando un detector de corriente de flujo Mutek PCD-02 como detector del punto final de la valoración. Estas pruebas dieron una medida de la carga residual llevada por las partículas asociadas en cada par iónico Varisoft 475/AOS. La figura 1 muestra una representación de densidades de carga de los sistemas emparejados en los ejemplos 1-11 frente a un título de muestra (ml/10 ml). Los resultados demuestran que si una molécula de Varisoft 475 que lleva una carga positiva unitaria y una molécula de Witconate AOS que lleva una carga negativa unitaria están en estrecha asociación y forman un par iónico debido a la interacción iónica o electrovalente, entonces la densidad de carga del sistema emparejado Varisoft 475/Witconate AOS será neutra.

Ejemplo 13

Tamaño de partícula aumentado

Este ejemplo se realizó para demostrar que si un mol de Varisoft 475 se asocia estrechamente de forma electrovalente con un mol del Witconate AOS para formar un par iónico, la asociación dará como resultado una especie de iones emparejados con tamaño de partícula aumentado. Los cambios en el tamaño de partícula de los sistemas de iones emparejados de los ejemplos 2-11 se ilustran gráficamente en la figura 2 para tres pautas de temperatura, y se midieron a 580 nm inmediatamente después de invertir una cubeta de vidrio de 1 cm a tres regímenes de temperatura. Para los regímenes de temperatura superiores, las muestras se calentaron durante una hora en un baño de agua antes de las mediciones de absorbancia.

Como se muestra en la figura 2, a medida que aumenta la concentración de Witconate AOS añadida a Varisoft 475 al 0,1%, aumenta lentamente la absorbancia de la luz de la mezcla hasta el 0,03% en peso de AOS. Más allá de este

punto, la curva de absorbancia de la luz aumenta repentinamente y alcanza un máximo al 0,04% en peso de AOS. A partir de este punto se produce una disminución brusca en la pendiente de la curva de absorbancia de la luz hasta el 0,05% en peso de AOS seguida por una disminución estacionaria en la absorbancia de la luz hasta el 0,10% en peso de AOS. Esta tendencia es constante para las tres temperaturas. El hecho de que la absorbancia de la luz fuera mayor cuando el porcentaje en peso de AOS era del 0,04% en peso indica que a esta concentración se forman los tamaños de partícula más grandes (en una mezcla equimolar). De hecho, se formó un precipitado al 0,04% en peso que era visible a simple vista. Esto no se produjo en ninguno de los otros puntos de datos mostrados en la figura 2. Este resultado confirma que, cuando las dos especies moleculares forman un par iónico, dan como resultado un producto que presenta un tamaño de partícula mucho mayor que aquellas formulaciones que no emparejan iones.

La figura 3 es una representación gráfica de los resultados de absorbancia mostrando las relaciones molares correspondientes, es decir, Witconate® AOS/Varisoft® 475.

Ejemplo 14

Comparación de propiedades que incluyen suavidad, absorbencia y formación

Se produjeron muestras de hojas soporte para papel tisú tratadas con tensioactivo aniónico Witconate AOS, desligante catiónico Varisoft 475 y el par iónico del ejemplo 6 en una máquina de papel para demostrar los aumentos en suavidad, absorbencia y formación. La cantidad de almidón catiónico (Solvitose®-N) usada para conseguir niveles de resistencia objetivo fue la misma para los productos de control y los tratados con el par iónico, pero mayor para los productos tratados sólo con el desligante catiónico.

La máquina de papel era una formadora de rodillos con cabezal de aspiración inclinado accionada en el modo formado por agua y mantenida a una velocidad de 0,508 m/s. La composición de fabricación era una mezcla 60/40 de Southern HWK y Southern SWK. Como se indica anteriormente, el almidón catiónico, es decir, Solvitose®-N, suministrado por Nalco Chemical Co., se añadió a la composición de fabricación según se requirió para conseguir la resistencia objetivo.

Para la muestra de iones emparejados, se añadió una dispersión acuosa del suavizante de par iónico a la composición de fabricación que contenía el almidón catiónico en el tramo descendente de la caja de alimentación, ya que estaba siendo transportado por un único conducto a la caja de entrada. La pasta de papel que comprendía la composición de fabricación, el aditivo de resistencia y el suavizante de pares iónicos se suministró a la tela formadora para formar una banda naciente/embrionaria. El desecado de la banda naciente se produjo mediante un procedimiento de prensado en húmedo convencional y el secado en una secadora Yankee. La adhesión y el desprendimiento de la banda de la secadora Yankee se vio ayudada por la adición de adhesivo Houghton 8296 y agentes de desprendimiento Houghton 565/8302, respectivamente. La temperatura de la secadora Yankee era aproximadamente 190°C. La banda se crespó de la secadora Yankee con una paleta cuadrada a un ángulo de 75 grados a humedad inferior al 5%. El producto de papel tisú suavizado tenía un peso base de 29,3 - 30,9 g/m², alargamiento MD del 18-29%, aproximadamente del 0,05 al 0,8% de suavizante en peso de papel seco y resistencia a la tracción en seco CD superior a 23,2 N/m.

Se prepararon del mismo modo una muestra de control y muestras usando sólo el tensioactivo aniónico Witconate AOS y sólo el desligante catiónico Varisoft 475. Más adelante se exponen en la tabla 2 el peso base, la resistencia de la hoja soporte (resistencia a la tracción media geométrica (TMG)), módulo de la media geométrica (MG), fricción superficial (GMMMD), formación, absorción de agua y características de suavidad sensorial de las muestras.

El módulo MG se midió como la pendiente de la curva de carga/tensión para una tira de muestra de 2,54 cm (una pulgada) de ancho a 50 gramos de carga durante la prueba de resistencia a la tracción. Los resultados dan una medida de la suavidad aparente de la muestra con números menores correspondientes a menor rigidez y mayor suavidad aparente. En la tabla 2 se muestran las muestras usando propiedades de tisú suavizado.

Los datos de formación se juntaron usando un emulador Robotest. Índices mayores se corresponden con mejor formación.

La fricción superficial (GMMMD) se midió usando el aparato de medida de la fricción KES. Números de fricción menores representan una mejora de la suavidad superficial.

ES 2 307 485 T3

TABLA 2

	Control	Desligante Varisoft 475	AOS	Par iónico
Solvitose®-N	0,25%	0,53%	0,25%	0,25%
Peso base (g/m ²)	0,0311	0,0316	0,0296	0,0303
TMG (N/m)	120,2	126,8	116,8	117,3
Módulo de MG (G/% de tensión)	23,3	26,9	20,6	23,2
Fricción (GMMMD)	0,247	0,227	0,207	0,215
Formación	64,3	64,6	64,5	67,4
Tasa de absorción de agua (s)	1,08	1,11	0,61	0,78
Suavidad sensorial	15,78	16,05	15,47	16,03

Ejemplo 15

Comparación de propiedades para el mismo peso base

Se produjeron muestras de hojas soporte para papel tisú tratadas con tensioactivo aniónico Witconate AOS, desli-
gante catiónico Varisoft 475 y el par iónico del ejemplo 6 del mismo modo que en el ejemplo 14, excepto que el peso
base del tisú tratado con el par iónico se ajustó para ser el mismo que el de los papeles tisú tratados con el tensioactivo
y el desligante (aún se usó una mayor cantidad del aditivo catiónico de resistencia para la muestra de desligante ca-
tiónico). Las propiedades del papel tratado se muestran en la tabla 3. Los datos muestran que, para aproximadamente
el mismo peso base, los productos de tisú tratados con los suavizantes de iones emparejados mostraron mayor pro-
piedad de resistencia a la tracción en comparación con productos de tisú tratados con sólo el tensioactivo aniónico o
sólo el desligante catiónico aún cuando se añadió aproximadamente el doble de potenciador de la resistencia en seco
Solvitose®-N al tisú tratado con sólo desligante.

TABLA 3

	Desligante Varisoft 475	AOS	Par iónico	Par iónico
Peso base (g/m ²)	31,6	32,6	31,7	32,6
Solvitose®-N	0,53%	0,25%	0,25%	0,25%
Espesor (mm/8 hojas)	1,52	1,80	1,58	1,62
TMG (N/m)	126,8	126,7	150,4	165,3
Módulo de MG (g/carga)	26,9	22,5	25,5	24,7
Fricción GMMMD	0,227	0,236	0,222	0,262
Formación	64,6	63,3	65,1	66,7
Tasa de absorción de agua (s)	1,11	0,58	0,69	0,63

REIVINDICACIONES

1. Un sistema suavizante para papel tisú que comprende sustancialmente una mezcla de iones emparejados de un tensioactivo aniónico y un compuesto anfílico catiónico, en el que el sistema suavizante se formula de forma que la densidad de carga de la mezcla de tensioactivo aniónico/compuesto catiónico será aproximadamente neutra.
2. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 1, en el que el compuesto catiónico es un compuesto de amonio cuaternario catiónico.
3. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 1, en el que la relación molar de tensioactivo aniónico respecto a compuesto catiónico en el sistema suavizante es de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5.
4. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 3, en el que la relación molar de tensioactivo aniónico respecto a compuesto catiónico en el sistema suavizante es de aproximadamente 0,75 a aproximadamente 1,25.
5. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 1, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato.
6. Un suavizante para papel tisú según la reivindicación 5, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato que comprende una cadena carbonada que contiene al menos aproximadamente 16 átomos de carbono.
7. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 1, en el que dicho compuesto catiónico se selecciona del grupo de imidazolininas que incluye metilsulfato de 3-metil-2-alquil-1-(2-alquilamidoetil)imidazolinio; amidas de aminas grasas catiónicas; compuestos de dialquildimetilamonio cuaternario; compuestos de amonio cuaternario basados en diamidoamina; compuestos de amonio cuaternario basados en monometiltrialquilo; compuestos de monoalquiltrialquilamonio cuaternario; compuestos de tetraalquilamonio cuaternario; compuestos de metildialcoxialquilamonio cuaternario; y compuestos de silicona catiónicos.
8. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 7, en el que dicho compuesto catiónico es un imidazolinio que incluye metilsulfato de 3-metil-2-alquil-1-(2-alquilamidoetil)imidazolinio.
9. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 8, en el que dicho compuesto catiónico es un metilsulfato de 3-metil-2-sebo-1(2-seboamidoetil)imidazolinio.
10. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 7, en el que dicho tensioactivo aniónico se selecciona de carboxilatos, sulfonatos, sulfatos, alquilfosfatos y tensioactivos de silicona aniónicos.
11. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 9, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato que comprende una cadena carbonada que contiene al menos aproximadamente 16 átomos de carbono.
12. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 7, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato.
13. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 7, en el que el tensioactivo aniónico se selecciona de aquellos que, cuando están emparejados con iones con el compuesto catiónico, presentarán un volumen de espuma de procesamiento no superior a aproximadamente 10 ml, como se mide por la prueba de altura de espuma.
14. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 11, en el que el tensioactivo aniónico se selecciona de aquellos que, cuando están emparejados con iones con el compuesto catiónico, presentarán un volumen de espuma de procesamiento no superior a aproximadamente 2 ml, como se mide por la prueba de altura de espuma.
15. Un producto de papel preparado usando el sistema suavizante para papel tisú de la reivindicación 1.
16. Un producto de papel según la reivindicación 15, en el que el producto de papel es una toalla de papel.
17. Un producto de papel preparado usando el sistema suavizante para papel tisú de la reivindicación 11.
18. Un producto de papel según la reivindicación 17, en el que el producto de papel es una toalla de papel.
19. Un producto de papel preparado usando el sistema suavizante para papel tisú de la reivindicación 12.
20. Un sistema suavizante para papel tisú que comprende una mezcla de un tensioactivo aniónico y un compuesto anfílico catiónico, estando constituida esencialmente dicha mezcla por combinaciones de iones emparejados del tensioactivo aniónico y el compuesto catiónico, en el que el sistema suavizante se formula de forma que la densidad de carga de la mezcla de tensioactivo aniónico/compuesto catiónico será aproximadamente neutra.

ES 2 307 485 T3

21. Un sistema suavizante para papel tisú según la reivindicación 20, en el que el compuesto catiónico es compuesto de amonio cuaternario catiónico.

22. Un producto de papel preparado usando el sistema suavizante para papel tisú de la reivindicación 20.

23. Un producto de papel según la reivindicación 22, en el que el producto de papel es una toalla de papel.

24. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave que comprende las etapas de formar una composición acuosa de fabricación de papel, depositar dicha composición de fabricación sobre una superficie provista de orificios y eliminar el agua de dicha composición de fabricación, en el que un sistema suavizante de iones emparejados se añade a dicha composición de fabricación o banda, comprendiendo sustancialmente dicho sistema suavizante una mezcla de iones emparejados de un tensioactivo aniónico y un compuesto anfílico catiónico en el que el sistema suavizante se formula de forma que la densidad de carga de la mezcla de tensioactivo aniónico/compuesto catiónico será aproximadamente neutra.

25. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que el compuesto catiónico es un compuesto de amonio cuaternario catiónico.

26. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que la relación molar de tensioactivo aniónico respecto a compuesto catiónico en el sistema suavizante es de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5.

27. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 26, en el que la relación molar de tensioactivo aniónico respecto a compuesto catiónico en el sistema suavizante es de aproximadamente 0,75 a aproximadamente 1,25.

28. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que dicho tensioactivo aniónico se selecciona de carboxilatos, sulfonatos, sulfatos, alquilfosfatos y tensioactivos de silicona aniónicos.

29. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato.

30. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato que comprende una cadena carbonada que contiene al menos aproximadamente 16 átomos de carbono.

31. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 24, en el que dicho compuesto catiónico se selecciona del grupo de imidazolinias que incluye metilsulfato de 3-metil-2-alquil-1-(2-alquilamidoetil)imidazolinio; amidas de aminas grasas catiónicas; compuestos de dialquildimetilamonio cuaternario; compuestos de amonio cuaternario basados en diamidoamina; compuestos de amonio cuaternario basados en mono-metiltrialquilo; compuestos de monoalquiltrialquilamonio cuaternario; compuestos de tetraalquilamonio cuaternario; compuestos de metildialcoxialquilamonio cuaternario; y compuestos de silicona catiónicos.

32. Un procedimiento para fabricar una banda de papel tisú absorbente suave según la reivindicación 31, en el que dicho compuesto catiónico es un imidazolinio que incluye metilsulfato de 3-metil-2-alquil-1-(2-alquilamidoetil)imidazolinio.

33. Un procedimiento según la reivindicación 32, en el que dicho compuesto catiónico es un metilsulfato de 3-metil-2-sebo-1-(2-seboamidoetil)imidazolinio.

34. Un procedimiento según la reivindicación 31, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato que comprende una cadena carbonada que contiene al menos aproximadamente 16 átomos de carbono.

35. Un procedimiento según la reivindicación 33, en el que dicho tensioactivo aniónico es un alquenilolefinsulfonato.

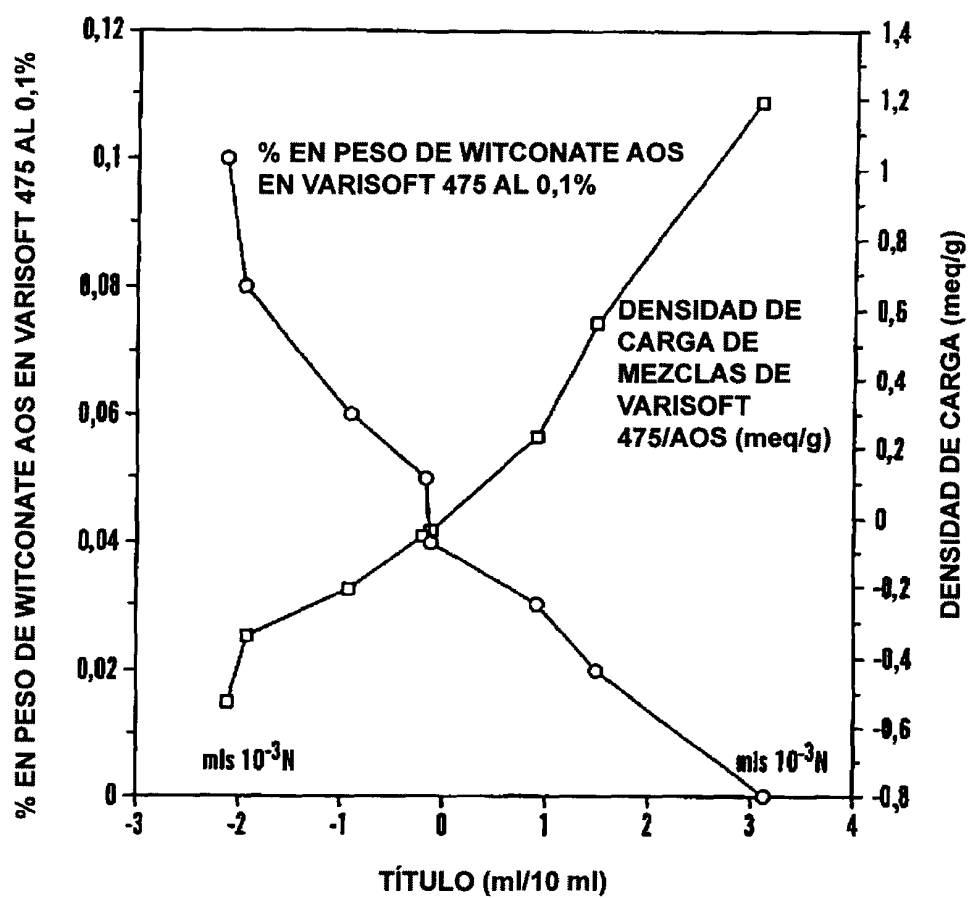
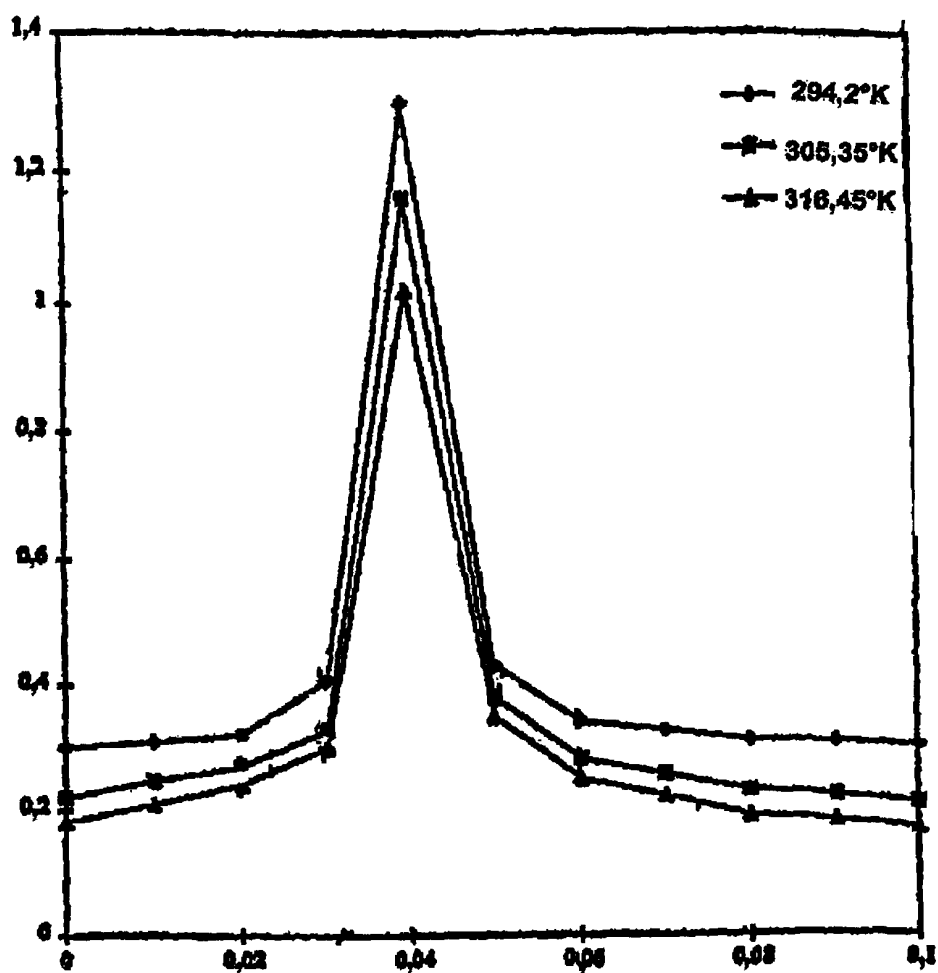


FIG. 1

Fig. 2



% en peso de Witconate AOS en Varisoft 475 al 0,1%

(La concentración de Varisoft 475 se mantiene constante)

Fig. 3

