



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 332 387**

51 Int. Cl.:

D21H 21/16 (2006.01)

D21H 17/17 (2006.01)

D21H 17/29 (2006.01)

D21H 17/66 (2006.01)

D21H 27/10 (2006.01)

B32B 27/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07729773 .7**

96 Fecha de presentación : **01.06.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2032759**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.03.2009**

54 Título: **Dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno.**

30 Prioridad: **09.06.2006 EP 06115218**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
03.02.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
03.02.2010

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Hamers, Christoph;**
Brockmeyer, Andreas;
Schmid, Markus;
Lorenz, Klaus y
Riebeling, Ulrich

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno.

5 La invención se refiere a dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno, que contienen, al menos, un 15% en peso de un dímero de alquilceteno así como, al menos, un almidón catiónico soluble en agua, sulfato de aluminio y, al menos, un producto de condensación constituido por el ácido naftalinsulfónico y por el formaldehído o por el ácido lignosulfónico o respectivamente sus sales.

10 Las dispersiones acuosas de los dímeros de alquilceteno (AKD) son productos comerciales. Estas dispersiones son empleadas para la hidrofugación de papel y de cartón. Las dispersiones acuosas de alquilcetenos contienen, de manera usual, almidones catiónicos y lignosulfonatos de sodio como agentes estabilizantes. El concepto de dispersión se refiere a un sistema con 2 fases, que contiene partículas sólidas en una fase líquida como medio continuo. Se entiende por el concepto de emulsión un sistema con 2 fases, que contiene emulsionadas gotas líquidas en otra fase
15 líquida.

Los dímeros de alquilceteno, que son empleados como agentes para la hidrofugación, disponen de un punto de fusión aproximadamente comprendido entre 45 y 70°C. Por lo tanto, las mezclas constituidas por dímeros de alquilceteno y por agua son dispersiones a temperaturas por debajo de 40°C y son emulsiones a temperaturas por encima de 45°C. Con el fin de emplear las dispersiones de dímeros de alquilceteno como agentes para el encolado en la fabricación de papel y de cartón, es necesario que las dispersiones puedan ser diluidas y sean estables al bombeo así como que presenten una estabilidad al almacenamiento de varias semanas a temperaturas de hasta 32°C inclusive.

Se conocen por la publicación US-A 4,240,935 dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno, que contienen, a título de estabilizantes, resinas de epíclorhidrina, lignosulfonatos de sodio y/o un producto de condensación formado por la sal de sodio del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído. El contenido en materia sólida de las dispersiones acuosas está comprendido entre un 5 y un 25% en peso, encontrándose la relación entre el dímero de alquilceteno y la resina de epíclorhidrina en el intervalo comprendido entre 4 : 1 y 1 : 3.

Se conocen por la publicación EP-A 369 328 dispersiones de dímeros de alquilceteno con un contenido en materia sólida de hasta un 30% en peso inclusive. Estas dispersiones contienen a título de estabilizantes, referido respectivamente al dímero de alquilceteno, desde un 0,15 hasta un 1,5% en peso de sulfato de aluminio, desde un 0,1 hasta un 5% en peso de un ácido carboxílico con 1 hasta 10 átomos de carbono, desde un 10 hasta un 30% en peso de un almidón catiónico y desde un 1 hasta un 5% en peso de una sal del ácido lignosulfónico o de un producto de condensación formado por formaldehído y por una sal del ácido naftalinsulfónico, aumentándose la viscosidad de estas dispersiones, al cabo de un almacenamiento durante cuatro semanas, a una temperatura de 32°C, en una cuantía menor que 100 Centistokes.

En los últimos años existe una tendencia hacia los recipientes a base de cartulina para líquidos de consumo, especialmente para leche y crema. Las paredes de tales recipientes están recubiertas usualmente por ambos lados, algunas veces incluso sólo por un lado, con polietileno.

Con el fin de que estos recipientes, basados en cartulina, correspondan a las exigencias de los líquidos de consumo, estos recipientes tienen que ser resistentes frente a la acción del ácido láctico con objeto de que el ácido láctico no pase a través del cartón en puntos críticos del recipiente, por ejemplo en los puntos de corte soldados entre sí. Por otra parte, los recipientes tienen que ser desinfectados con peróxido de hidrógeno caliente como paso previo a su envasado con líquidos de consumo. Esto significa que tienen que resistir la acción del peróxido de hidrógeno caliente. Por consiguiente, constituyen propiedades decisivas de los recipientes la penetración a través de los cantos del ácido láctico y de la solución caliente de peróxido de hidrógeno, en cuyos recipientes están envasados los líquidos de consumo.

Se conoce por la publicación WO 2004/022851 la utilización de un catón para la fabricación de envases para líquidos, cuyo cartón puede ser obtenido por medio del encolado en masa de una pasta de papel constituida por una suspensión acuosa de fibras de celulosa con, al menos, un agente para el encolado en masa, en presencia de, al menos, un agente de retención y de un polímero catiónico tal como la polivinilamina. Como agentes para el encolado en masa son empleadas, por ejemplo, dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno y/o cola de resina, que se emulsionan, respectivamente, con ayuda de almidones catiónicos. Los compuestos de aluminio son empleados prácticamente tan sólo junto con la cola de resina.

Se conoce por la publicación DE-A 10 2004 002 370 un material de envasado constituido por, al menos, un material compuesto, con dos capas, constituido por papel encolado o por cartón encolado y por, al menos, una lámina impermeable al agua, para la fabricación de recipientes destinados al envasado de líquidos. El papel o bien el cartón contiene un polímero sintético insoluble en agua o hinchable en agua, finamente dividido, con un tamaño medio de las partículas comprendido entre 1 µm y 1.000 µm.

La invención tiene como tarea poner a disposición otra dispersión de dímeros de alquilceteno, que sea estable al almacenamiento y que sea estable al cizallamiento. Por otra parte, la dispersión debe conducir, cuando se utiliza para la fabricación de cartón para el envasado de líquidos, a recipientes que presenten una mejora en lo que se refiere a

ES 2 332 387 T3

la penetración a través de los cantos, especialmente a la penetración a través de los cantos del peróxido de hidrógeno, frente a los productos encolados con las dispersiones conocidas.

La tarea se resuelve de conformidad con la invención con dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno, que contienen, al menos, un 15% en peso de un dímero de alquilceteno así como, al menos, un almidón catiónico soluble en agua, sulfato de aluminio y, al menos, un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído o el ácido lignosulfónico o, respectivamente, sus sales, cuando las dispersiones contengan, respectivamente referido al dímero de alquilceteno, desde un 2 hasta un 50% en peso de sulfato de aluminio, conteniendo las dispersiones, con un contenido en sulfato de aluminio comprendido entre un 2 y un 15% en peso, además entre un 0,1 y un 5% en peso de un ácido carboxílico saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono, del ácido bencenosulfónico, del ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral.

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno contienen, de manera preferente, referido al dímero de alquilceteno, entre un 5 y un 30% en peso de sulfato de aluminio. Son especialmente preferentes aquellas dispersiones de dímeros de alquilceteno que contengan, referido al dímero de alquilceteno, entre un 10 y un 20% en peso de sulfato de aluminio.

A título de ejemplo, las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno contienen, referido respectivamente al dímero de alquilceteno,

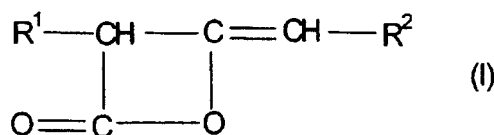
- (a) desde un 5 hasta un 30% en peso de sulfato de aluminio,
- (b) desde un 10 hasta un 30% en peso al menos de un almidón catiónico soluble en agua,
- (c) desde un 1 hasta un 5% en peso al menos de un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído por una sal del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído y/o por el ácido lignosulfónico o una sal del ácido lignosulfónico y
- (d) desde 0 hasta un 5% en peso al menos de un ácido carboxílico saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono, de ácido bencenosulfónico, de ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral.

Las dispersiones con un contenido en sulfato de aluminio comprendido entre un 2 y un 15% en peso, referido al dímero de alquilceteno, contienen adicionalmente desde un 0,1 hasta un 5% en peso de un ácido carboxílico saturado con 1 hasta 10 átomos de carbono, de ácido bencenosulfónico, de ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral.

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno especialmente preferentes son aquellas que contienen desde un 15 hasta un 30% en peso al menos de un dímero de alquilceteno y, referido respectivamente al dímero de alquilceteno,

- (a) desde un 10 hasta un 20% en peso de sulfato de aluminio,
- (b) desde un 15 hasta un 25% en peso al menos de un almidón catiónico soluble en agua,
- (c) desde un 1,8 hasta un 4,0% en peso al menos de un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído o por una sal del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído y/o el ácido lignosulfónico o una sal del ácido lignosulfónico,
- (d) desde 0 hasta un 5% en peso al menos de un ácido carboxílico saturado con 1 hasta 10 átomos de carbono.

Los dímeros de alquilceteno pueden ser caracterizados, por ejemplo, con ayuda de la fórmula general



en la que los substituyentes R^1 y R^2 significan un resto hidrocarbonado con 8 hasta 30 átomos de carbono, que puede ser saturado o no saturado, lineal o ramificado. Los substituyentes R^1 y R^2 abarcan, por ejemplo, los restos siguientes: octilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, octadecilo, eicosilo, docosilo, tetracosilo, fenilo, bencilo, β -naftilo y ciclohexilo.

Los dímeros de alquilceteno, preferentes, contienen a modo de R^1 y R^2 compuestos hidrocarbonados saturados y monoinsaturados o bien poliinsaturados así como ramificados, con 12 hasta 20, de manera preferente con 14 hasta 18 átomos de carbono.

ES 2 332 387 T3

Los compuestos de la fórmula I son obtenidos, por ejemplo, por medio de la reacción de los cloruros de carbonilo con las aminas terciarias. Tienen un significado industrial especial los cloruros de los ácidos carboxílicos, que puedan ser obtenidos por medio de la cloración de los ácidos grasos de origen natural o de sus mezclas, por ejemplo los cloruros de ácido a base de ácidos grasos, que se obtienen a partir de aceite de coco, de talol, de aceite de ricino, de
5 aceite de oliva, de sebo de vaca o de grasa de palmisto. Ejemplos típicos de los cloruros de los ácidos carboxílicos son el cloruro del ácido mirístico, el cloruro del ácido palmítico, el cloruro del ácido esteárico, el cloruro del ácido oleico, el cloruro del ácido behénico y el cloruro del ácido isoesteárico. La reacción de los cloruros de los ácidos carboxílicos con las aminas terciarias se lleva a cabo, de una manera especialmente ventajosa, en ausencia de disolventes, bajo intensa
10 mezcla, a temperaturas comprendidas entre 65 y 150°C, según el procedimiento que es conocido por la publicación EP-A 1 453 821.

Las dispersiones acuosas contienen, al menos, desde un 15% en peso hasta un 30% en peso inclusive de dímero de alquilceteno, de manera preferente entre un 15 y un 25% en peso de dímero de alquilceteno.

15 Las dispersiones acuosas de los dímeros de alquilceteno, de conformidad con la invención, son estabilizadas con ayuda de un almidón catiónico. Como almidones catiónicos entran en consideración todos aquellos cationes solubles en agua que presenten como grupo catiónico un grupo amino. Tales almidones son productos comerciales. Éstos se obtienen, por ejemplo, por medio de la reacción de almidón nativo con compuestos que presenten átomos de nitrógeno, terciarios o cuaternarios, tales como los aminoalquilepóxidos de dialquilo o los cloruros de glicidiltrimetilamonio. El grado de cationización de los almidones se indica, por ejemplo, con ayuda del grado de sustitución (D.S.). Este valor indica el número de grupos catiónicos por unidad de monosacárido en el almidón catiónico. El grado de
20 sustitución D.S. de los almidones catiónicos está comprendido, de manera preferente, entre 0,01 y 0,5 y en la mayoría de los casos está situado en el intervalo comprendido entre 0,02 y 0,4. De igual modo, puede ser obtenido un almidón catiónico si se somete, en primer lugar, a un almidón nativo a una degradación enzimática y si se cationiza a continuación el almidón degradado. Los almidones con el grado de sustitución D.S. indicado disponen de un número suficiente de grupos catiónicos de tal modo que están cargados positivamente en solución acuosa.

Como base para los almidones catiónicos entran en consideración, por ejemplo, los almidones procedentes de
30 patata, de tapioca, de arroz, de trigo, de maíz, de sorgo y de guisantes. El contenido en amilopectina de los almidones puede estar comprendido, por ejemplo, entre un 0,1 y un 100%. Un ejemplo de un almidón catiónico, soluble en agua, es el producto Percole® 134 EP con un grado de sustitución D.S. de 0,17. Los almidones catiónicos que son empleados de manera preferente tienen un grado de sustitución D.S. de 0,08 como mínimo. Es especialmente preferente el almidón de patata catiónico, que esté modificado con una amina terciaria o con una amina cuaternaria y que tenga
35 una viscosidad comprendida entre 50 y 200 mPas (medida en un viscosímetro Brookfield a una temperatura de 20°C, husillo 2 con un contenido en materia sólida del 3,0%).

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno contienen, de manera usual, entre un 10 y un 30% en peso, de manera preferente entre un 15 y un 25% en peso de, al menos, un almidón catiónico. Estas dispersiones están cargadas
40 positivamente y presentan una carga total positiva incluso en presencia de otros estabilizantes de la dispersión.

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno contienen, de conformidad con la invención, entre un 2 y un 50% en peso de sulfato de aluminio, referido al dímero de alquilceteno. En la mayoría de los casos, el contenido en sulfato de aluminio de las dispersiones acuosas está comprendido entre un 5 y un 30% en peso, de manera especial
45 está comprendido entre un 10 y un 20% en peso, referido respectivamente al dímero de alquilceteno.

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno contienen a título de otro estabilizante, al menos, un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído o un producto de condensación formado por una sal del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído y/o el ácido lignosulfónico o una sal del ácido lignosulfónico.
50 Como sales del ácido naftalinsulfónico y del ácido lignosulfónico entran en consideración, por ejemplo, las sales de los metales alcalinos, las sales de amonio y las sales de los metales alcalinotérreos, tales como, de manera especial, las sales de amonio, de calcio, de magnesio, de potasio y de sodio. De manera especialmente preferente, como estabilizantes de la dispersión son empleadas las sales de sodio del lignosulfonato o de los productos de condensación formados por la sal de sodio del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído.
55

Los estabilizantes de la dispersión, que contienen grupos de ácido sulfónico o bien grupos sulfonato, son empleados, por ejemplo, en cantidades comprendidas entre un 1 y un 5, de manera preferente comprendidas entre un 1,8 y un 4% en peso, referido al dímero de alquilceteno.

60 Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno, de conformidad con la invención, contienen, con un contenido en aluminio comprendido entre un 2 y un 15% en peso, referido al dímero de alquilceteno, además también desde un 0,1 hasta un 5% en peso, referido al dímero de alquilceteno, de un ácido carboxílico saturado con 1 hasta 10 átomos de carbono, del ácido bencenosulfónico, del ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral. En caso de cantidades mayores de sulfato de aluminio, las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno pueden contener
65 además adicionalmente, también, otro ácido. A título de otros ácidos entran en consideración, de manera preferente, los ácidos carboxílicos con 1 hasta 10 átomos de carbono, por ejemplo el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido propiónico, el ácido láctico, el ácido salicílico, el ácido maleico, el ácido fumárico, el ácido benzoico, el ácido cítrico, el ácido adípico y el ácido ftálico.

ES 2 332 387 T3

El valor del pH de las dispersiones acuosas de los dímeros de alquilceteno está comprendido, por ejemplo, entre 2,0 y 4,0.

Las dispersiones acuosas de los dímeros de alquilceteno, que han sido descritas precedentemente, son empleadas como agentes de encolado en masa y como agentes de encolado superficial para papel y para productos de papel. Por productos de papel debe entenderse tanto la cartulina así como también el cartón. En la fabricación de papel y de productos de papel pueden partirse de fibras de celulosa de cualquier tipo, tanto de fibras naturales así como también de fibras recuperadas, especialmente fibras de papel usado. Como materiales fibrosos, para la fabricación de las pulpas, entran en consideración todas las calidades usuales con esta finalidad, por ejemplo la pasta de madera, la pasta química de madera blanqueada y no blanqueada, así como la pasta de papel procedentes de todas las plantas anuales. A la pasta de madera pertenecen, por ejemplo, la pasta mecánica de madera, la suspensión de pasta termomecánica (TMP), la suspensión de pasta quimiatermomecánica (CTMP), la pasta mecánica de desfibradora a presión, la pasta semiquímica, la pasta de gran rendimiento y la pasta mecánica de refino [Refiner Mechanical Pulp (RMP)]. Como pasta química de madera entran en consideración, por ejemplo, las pastas de madera al sulfato, las pastas de madera al sulfito y las pastas de madera a la sosa. De manera preferente se emplea pasta química de madera no blanqueada, que se denomina también pasta de celulosa dura no blanqueada. Las plantas anuales adecuadas para la fabricación de pulpas de papel son, por ejemplo, el arroz, el trigo, la caña de azúcar y la fibra de gambo. Para la obtención de las pulpas puede emplearse también ventajosamente papel usado, que es utilizado bien solo o en mezcla con otros materiales fibrosos o se parte de mezclas de fibras constituidas por suspensión de pasta primaria y recortes estucados devueltos constituidos por ejemplo por sulfato de pino blanqueado en mezcla con recortes estucados devueltos.

Las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno de conformidad con la invención pueden ser empleadas en la fabricación de papel y de productos de papel junto con los productos químicos usuales para el proceso tales como agentes de retención, agentes de floculación y agentes para la eliminación del agua, agentes de fijación, reforzantes en húmedo y reforzantes en seco, biocidas, colorantes, anhídridos de los ácidos alquenilsuccínicos y cola de resina. Los dímeros de alquilceteno emulsionados, de conformidad con la invención, son estables frente al cizallamiento y son estables al almacenamiento. Estos pueden ser almacenados, por ejemplo, durante más de tres meses.

Las dispersiones acuosas de dímeros alquilceteno, de conformidad con la invención, son empleadas de manera preferente como agentes para el encolado en masa en la fabricación de papel y de productos de papel.

Estas dispersiones son empleadas, por ejemplo, para la obtención de papel de escritorio y papel para impresión y de una manera especialmente ventajosa son empleadas para la fabricación de recipientes para el envasado de líquidos. A título de ejemplo, una pulpa puede contener desde un 0,01 hasta un 0,6% en peso de un dímero de alquilceteno, con relación al contenido en materia seca de la pulpa. Tras la eliminación del agua de la pasta de papel y tras el secado del papel o de los productos de papel, se obtienen productos encolados en la masa con un peso superficial comprendido, por ejemplo, entre 40 y 400 g/m². La cartulina, que es empleada para la fabricación de recipientes para líquidos de consumo, tiene, por ejemplo, un peso superficial comprendido entre 100 y 300 g/m². La cantidad de dímeros de alquilceteno, que es empleada para el encolado del papel o de los productos de papel se encuentra situada, por ejemplo, entre un 0,05 y un 4,0, de manera preferente entre un 0,15 y un 0,8% en peso, referido a la pasta de papel seca.

El producto de papel, encolado en la masa, es recubierto con una lámina por uno o por ambos lados, que está constituida por material sintético o por metal tal como aluminio por ejemplo para la fabricación de recipientes para el envasado de líquidos. Las láminas de material sintético adecuadas pueden ser fabricadas a partir de polietileno, de polipropileno, de poliamida o de poliéster. Las láminas pueden ser unidas con los productos de papel encolados por ejemplo con ayuda de un pegamento. En la mayoría de los casos se emplean para esta finalidad láminas que estén recubiertas con un pegamento, son aplicadas sobre un producto de papel por uno o por ambos lados y a continuación se prensa el material compuesto. Sin embargo también puede recubrirse la superficie de los productos de papel encolados con un pegamento, a continuación se aplica la lámina y seguidamente se prensa el material compuesto. Sin embargo, las láminas termoplásticas pueden ser elaboradas también directamente por medio de la acción del calor y de la presión con el producto de papel, encolado en la masa, para dar el material compuesto, a partir del cual se confeccionan recortes adecuados para la fabricación de recipientes para el envasado de líquidos. Tales envases son empleados de manera preferente en el sector de los artículos comestibles, por ejemplo para el envasado de bebidas tales como agua mineral, jugos o leche o incluso para la fabricación de recipientes para beber tales como vasos. En el caso de estos envases es importante que dispongan de un buen valor de penetración a través de los cantos, es decir que el producto de papel encolado debe absorber la menor cantidad posible de líquido o prácticamente no debe absorber líquido en absoluto. Los cantos de corte de tales recipientes deben presentar una elevada resistencia frente al paso del peróxido de hidrógeno caliente y del ácido láctico.

Los recipientes, que son fabricados con las dispersiones de dímeros de alquilceteno, de conformidad con la invención, para envases destinados a líquidos, presentan mejores valores de penetración a través de los cantos del peróxido de hidrógeno al mismo tiempo que presentan valores muy buenos de penetración a través de los cantos del ácido láctico en contra de lo que ocurre en el caso de los recipientes que han sido encolados con dispersiones conocidas de dímeros de alquilceteno.

En tanto en cuanto no se desprenda otra cosa del contexto, las indicaciones en porcentaje en los ejemplos son porcentajes en peso.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Una carga de 1.000 g en total contenía los siguientes componentes:

200 g de alquildicetenos con 16/18 átomos de carbono,

30 g de almidón catiónico (Perlcole® 134 EP),

10

7,5 g de lignosulfonato de sodio (Tamol® 2901),

700 g de agua,

15

49 g de sulfato de aluminio,

13,5 g de agua residual.

20 Obtención de la dispersión acuosa de dímeros de alquilceteno

Se aportaron a 700 g de agua 30 g de almidón catiónico (disponible en el comercio bajo el nombre de Perlcole® 134 EP, Lyckeby) y 7,5 g de lignosulfonato de sodio (disponible en el comercio bajo el nombre de Tamol® 2901, BASF AG.). La mezcla se calentó a 95°C y se aportó ulteriormente agua (13,5 g). Una vez que la mezcla se había enfriado a 80°C, se aportaron 200 g de una mezcla de alquildicetenos con 16/18 átomos de carbono (Basoplast® BP 90 Conc). Una vez que se había fundido el alquildiceteno, la temperatura de la mezcla era de 70°C aproximadamente. La mezcla se homogeneizó por medio de dos pasos a través de un homogeneizador de alta presión (modelo APV - Lab 60) con una presión de 170 bares. Se aportaron a la emulsión caliente a continuación 49 g de sulfato de aluminio. El valor del pH de la dispersión de alquildiceteno se ajustó a un valor de 3,6 por medio de un aporte de HCl 0,1 M. El contenido en materia sólida de la dispersión era de un 28%.

La dispersión del alquildiceteno tenía una viscosidad de 100 mPas al cabo de un almacenamiento durante 5 semanas a una temperatura de 32°C (medida en un viscosímetro Brookfield, husillo 2, 20°C).

35

Ejemplo comparativo 1

(Reproducción del ejemplo 2 de la publicación EP-A 0 369 328)

40 Una carga de 500 g en total contenía los siguientes componentes:

100 g de alquildicetenos con 16/18 átomos de carbono,

22,5 g de almidón catiónico (Amaizo® 2187),

45

2 g de lignosulfonato de sodio (Lignasol® XD),

368,4 g de ácido acético 0,01 M,

50

0,33 g de sulfato de aluminio (al 5% en agua),

agua hasta 500 g.

55 Obtención de la dispersión acuosa de los dímeros de alquilceteno

Se aportaron a 368,4 g de ácido acético 0,01 M, 22,5 g de almidón catiónico (disponible en el comercio bajo el nombre Amaizo® 2187) y 2 g de lignosulfonato de sodio (disponible en el comercio bajo el nombre Lignasol® XD). El valor del pH se ajustó a un pH de 5,5 por medio de ácido clorhídrico 0,1 M. La mezcla se calentó hasta 95°C y se aportó ulteriormente agua (15 g). Una vez que la mezcla se había enfriado a 80°C, se aportaron 100 g de una mezcla de alquildicetenos con 16/18 átomos de carbono (Basoplast® BP 90 Conc). Una vez que se había fundido el AKD, la temperatura de la mezcla era de 65°C. La mezcla se homogeneizó a continuación con un paso a través de un homogeneizador a alta presión (modelo APV - Lab 60) con una presión de 170 bares. A continuación, se aportaron a la emulsión caliente 0,33 g de una solución de sulfato de aluminio al 5%. El valor del pH de la dispersión se ajustó a un valor de 3,6 por medio de la adición de ácido clorhídrico 0,1 M. El contenido en materia sólida era de un 25%.

La dispersión tenía una viscosidad de 120 mPas después de un almacenamiento durante 5 semanas a 32°C (medida en un viscosímetro Brookfield, husillo, 20°C).

ES 2 332 387 T3

Determinación de la penetración a través de los cantos para cartones destinados a líquidos para bebidas de consumo

Se fabricó para cada capa de un cartón, respectivamente una hoja de 120 g/m² en un formador de hojas de laboratorio con empleo de los agentes de encolado que han sido indicados en la tabla 1 y un 0,15% de Polymin® 215 como agente de retención y a continuación se secaron con 5 pasos con secado con cilindro de contacto a 120°C. En la tabla 2 se han indicado los valores determinados de penetración a través de los cantos del peróxido de hidrógeno.

La capa superior del cartón estaba constituida por pasta química de madera con un 70% de fibras cortas blanqueadas y con un 30% de fibras largas blanqueadas.

La capa central del cartón estaba constituida por pasta química de madera con un 60% (CTMP) y con un 40% de recortes estucados.

La capa inferior del cartón estaba constituida por un 100% de pasta química de madera no blanqueada.

TABLA 1

Ejemplo Nr.	Agente de encolado AKD		Capa
	[%]	fabricada según	
2	0,20 %	el ejemplo 1	superior
3	0,20 %	el ejemplo 1	central
4	0,20 %	el ejemplo 1	inferior
Ejemplo comparativo Nr.			
2	0,20 %	el ejemplo comparativo 1	superior
3	0,20 %	el ejemplo comparativo 1	central
4	0,20 %	el ejemplo comparativo 1	inferior

Una vez que había sido fabricado el cartón, se determinó la penetración a través de los cantos para el peróxido de hidrógeno y para el ácido láctico de conformidad con los métodos siguientes:

- determinación del peso de la hoja
- bisección de las hojas
- pegado de las hojas
- corte de las hojas en tiras de 25 x 75 mm
- determinación del espesor de las tiras

Con relación a a): *determinación del peso de la hoja*

Se pesan las hojas climatizadas (exactitud 1 mg), el peso se calcula a continuación en g/m².

Con relación a b): *las hojas climatizadas se dividen en dos con ayuda de cortahojas*

Con relación a c): *pegado de las hojas*

Se modifica una prensa de encolado de laboratorio con las piezas previstas para fijar los rollos de cinta adhesiva, tomándose precauciones para que la cinta adhesiva se pegue exactamente de manera adyacente, es decir que las superficies adhesivas no entren en contacto con los cilindros. La velocidad de la prensa de encolado fue de 2,2 m/min, la fuerza de compresión era de 4 bares. Para impedir la formación de pliegues pueden acortarse las hojas biseccionadas en el lado redondo además entre 1 y 1,5 cm aproximadamente. A continuación se cortaron con una tijera las hojas pegadas.

Con relación a d): *corte de las hojas pegadas en forma de tiras de medición*

Se cortaron tiras de 25 x 75 mm a partir de las hojas pegadas. En este caso deben tomarse precauciones para que las tiras estén cubiertas con la lámina adhesiva completamente por ambos lados, para que no se formen pliegues en las superficies de corte y para que los cantos sean exactos y estén limpios. A continuación se lleva a cabo la rotulación y el agrupamiento de las tiras. Por otra parte tienen que limpiarse de vez en cuando la cuchilla y los cantos de corte del cortahojas con acetona para eliminar los residuos de la cinta adhesiva con objeto de impedir un ensuciado de los cantos de la hoja.

Con relación a e): *determinación del espesor*

Se midió el espesor de las hojas pegadas y cortadas (exactitud de 0,001 mm). A continuación se restó el espesor de la cinta adhesiva con objeto de determinar el espesor neto. Las hojas se midieron respectivamente tras el pegado puesto que entonces presentan una mejor homogeneidad.

Ensayo con peróxido

El peróxido se termostató a 70°C en cápsulas metálicas por medio de un baño de agua. Las muestras se pesaron en seco, se dispusieron durante 10 minutos en el baño de peróxido, se cargaron con una rejilla para asegurarse de que no flotaban, a continuación se retiraron, se absorbió el peróxido adherido con filtro de papel e inmediatamente se volvieron a pesar en húmedo.

Ensayo con ácido láctico

Únicamente se diferencia del ensayo con peróxido en que se utilizó ácido láctico al 1% como líquido de ensayo. Las mediciones se llevaron a cabo a la temperatura ambiente, el tiempo de actuación fue de 1 hora.

El cálculo se llevó a cabo de conformidad con las fórmulas siguientes:

$$\frac{X * W_0 * 1000}{n * W * 2(a + b)} = \text{absorción de los cantos [g / m]}$$

$$\frac{\text{Absorción de los cantos [g / m]} * 1000}{t} = \text{absorción de los cantos [kg / m}^2\text{]}$$

X = suma de la diferencia de peso de todas las tiras (peso en húmedo - peso en seco) [g]

W_0 = peso superficial teórico [g/m²]

W = peso superficial real [g/m²]

n = número de tiras de muestra

a = longitud de las tiras [mm]

b = anchura de las tiras [mm]

t = espesor de las tiras [μm]

ES 2 332 387 T3

Los resultados de la penetración a través de los cantos para el peróxido de hidrógeno están reunidos en la tabla 2.

TABLA 2

Capa de cartón procedente del	Penetración a través de los cantos de H_2O_2 [kg/m ²]	Capa
Ejemplo 2	0,56	Superior
Ejemplo comparativo 2	1,2	Superior
Ejemplo 3	1,46	Central
Ejemplo comparativo 3	2,1	Central
Ejemplo 4	1,34	Inferior
Ejemplo comparativo 4	0,99	Inferior

La dispersión de AKD, de conformidad con la invención, muestra, en comparación con los ejemplos comparativos, una clara mejora de los valores de penetración del peróxido de hidrógeno. Por el contrario, en el caso de la penetración a través de los cantos del ácido láctico únicamente puede reconocerse una ligera mejoría de la dispersión de AKD de conformidad con la invención frente a la dispersión comparativa.

REIVINDICACIONES

5 1. Dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno, que contienen, al menos, un 15% en peso de un dímero de alquilceteno así como, al menos, un almidón catiónico soluble en agua, sulfato de aluminio y, al menos, un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído o por el ácido lignosulfónico o respectivamente sus sales, **caracterizadas** porque las dispersiones contienen, referido respectivamente al dímero de alquilceteno, desde un 2 hasta un 50% en peso de sulfato de aluminio, conteniendo las dispersiones, además, entre un 0,1 y un 5% en peso de un ácido carboxílico saturado con 1 hasta 10 átomos de carbono, de ácido bencenosulfónico, de ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral, con un contenido en sulfato de aluminio comprendido entre un 2 y un 15% en peso.

2. Dispersión acuosa de dímeros de alquilceteno según la reivindicación 1, **caracterizada** porque las dispersiones contienen, referido al dímero de alquilceteno, desde un 5 hasta un 30% en peso de sulfato de aluminio.

15 3. Dispersión acuosa de dímeros de alquilceteno según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada** porque las dispersiones contienen, referido al dímero de alquilceteno, desde un 10 hasta un 20% en peso de sulfato de aluminio.

20 4. Dispersión acuosa de dímeros de alquilceteno según la reivindicación 1 a 3, **caracterizada** porque contiene, referido respectivamente al dímero de alquilceteno,

- (a) desde un 5 hasta un 30% en peso de sulfato de aluminio,
- (b) desde un 10 hasta un 30% en peso de, al menos, un almidón catiónico soluble en agua,
- 25 (c) desde un 1 hasta un 5% en peso de, al menos, un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y un formaldehído o por una sal del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído y/o el ácido lignosulfónico o una sal del ácido lignosulfónico y
- 30 (d) desde 0 hasta un 5% en peso de, al menos, un ácido carboxílico saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono, del ácido bencenosulfónico, del ácido p-toluenosulfónico y/o de un ácido mineral.

35 5. Dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno según la reivindicación 1 a 4, **caracterizadas** porque las dispersiones contienen desde un 15 hasta un 30% en peso de, al menos, un dímero de alquilceteno y, referido respectivamente al dímero de alquilceteno,

- (a) desde un 10 hasta un 20% en peso de sulfato de aluminio,
- (b) desde un 15 hasta un 25% en peso de, al menos, un almidón catiónico soluble en agua,
- 40 (c) desde un 1,8 hasta un 4,0% en peso de, al menos, un producto de condensación formado por el ácido naftalinsulfónico y el formaldehído o por una sal del ácido naftalinsulfónico y el formaldehído y/o el ácido lignosulfónico o una sal del ácido lignosulfónico,
- 45 (d) desde 0 hasta un 5% en peso de, al menos, un ácido carboxílico saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono.

6. Empleo de las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno según las reivindicaciones 1 a 5 como agentes de encolado en masa y como agentes de encolado superficial para papel y para productos de papel.

50 7. Empleo según la reivindicación 6, **caracterizado** porque las dispersiones acuosas de dímeros de alquilceteno se emplean como agentes de encolado en masa en la fabricación de papel y de productos de papel.

8. Empleo según la reivindicación 6 o 7, **caracterizado** porque las dispersiones acuosas se emplean como agentes de encolado para la fabricación de papel para escribir y de papel para impresión.

55 9. Empleo según la reivindicación 6 o 7, **caracterizado** porque las dispersiones acuosas se emplean como agentes de encolado en la fabricación de recipientes para el envasado de líquidos.

60

65