

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202491587** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2024.10.07

(51) Int. Cl. *C09J 177/06* (2006.01)
C08L 77/00 (2006.01)
D21H 21/20 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2022.12.07

(54) **КОМПОЗИЦИИ ДЛЯ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ КЛЕПАННОЙ БУМАГИ И СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ**

(31) 63/265,843; 18/057,823

(32) 2021.12.22; 2022.11.22

(33) US

(86) PCT/US2022/081058

(87) WO 2023/122430 2023.06.29

(71) Заявитель:
**СОЛЕНИС ТЕКНОЛОДЖИЗ
КЕЙМЭН, Л.П. (СН)**

(72) Изобретатель:
**Крисп Марк Трейси, Паттерсон
Тимоти (US)**

(74) Представитель:
**Веселицкий М.Б., Кузенкова Н.В.,
Каксис Р.А., Белоусов Ю.В., Куликов
А.В., Кузнецова Е.В., Соколов Р.А.,
Кузнецова Т.В. (RU)**

(57) В изобретении описан способ получения адгезионной смолы для применения в композиции покрытия в процессе получения крепированной бумаги, включающий стадии взаимодействия поликарбоновой кислоты или производного поликарбоновой кислоты с полиамином, при этом получают промежуточный полиамидамин, взаимодействия полиэфирамина с эпигалогенгидрином, при этом получают промежуточный полиэфираминоэпигалогенгидрин и взаимодействия промежуточного полиамидамина с промежуточным полиэфираминоэпигалогенгидрином, при этом получают полиамидаминополиэфираминоэпигалогенгидриновую смолу.

A1

202491587

202491587

A1

КОМПОЗИЦИИ ДЛЯ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ КРЕПИРОВАННОЙ БУМАГИ И СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

5

Область техники

Настоящее изобретение в основном относится к изделиям из крепированной бумаги и способам получения изделий из крепированной бумаги. Более конкретно, настоящее изобретение относится к композициям для покрытий, предназначенных для применения при получении изделий из крепированной бумаги и способам их получения.

10

Предпосылки создания настоящего изобретения

Получение крепированной бумаги, такой как бумажные салфетки или полотенца, включает прижатие волокнистого полотна к поверхности нагретого сушильного цилиндра, в большинстве случаев называемого сушилкой Янки или цилиндром Янки. Содержание влаги в волокнистом полотне может изменяться в интервале от приблизительно 5% до приблизительно 80%, в зависимости от того, подвергают ли полотно какому-либо типу предварительной сушки, такой как полный суховоздушный способ (TAD). Такую предварительную сушку обычно осуществляют после «секции формования» бумагоделательной машины, где сначала формируют и уплотняют волокнистое полотно, но до контактирования волокнистого полотна с поверхностью сушильного барабана Янки. По мере высыхания волокнистого полотна на поверхности сушилки Янки между волокнистым полотном и поверхностью сушилки Янки возникает адгезия. Когда волокнистое полотно высушено до достаточно низкого уровня влажности, его удаляют с поверхности сушилки Янки при соскабливании ракельным ножом, край которого контактирует с цилиндром по ширине сушилки Янки. Такая операция известна как процесс крепирования или «крепирование».

15

20

25

30

Процесс крепирования в основном включает ракель с металлическим или керамическим наконечником, который прижимается к поверхности вращающейся нагретой сушилки Янки. Волокнистое полотно ударяется о край ракеля и смещается с поверхности сушилки Янки. Процесс крепирования приводит к изменению структуры сухого волокнистого полотна при его

воздействии на ракель. Более подробно, крепирование укорачивает и уплотняет лист, создавая текстурированную поверхность с выступами и тем самым увеличивая толщину листа, создавая объем. Процесс крепирования также приводит к разрушению связей между волокнами полотна, что приводит к потере прочности на разрыв в сухом состоянии и снижает жесткость листа. Для бумажных салфеток и полотенец эти изменения физических свойств рассматриваются как улучшение впитывающей способности и мягкости продукта. Однако прижатие ракеля к поверхности сушилки Янки приводит к износу кончика лезвия и, в некоторых случаях, к повреждению поверхности самой сушилки Янки. По мере износа ракеля вышеупомянутые изменения физических свойств листа становятся менее заметными и приводят к воспринимаемому низкому качеству бумажной продукции.

В современных операциях крепирования, использующих высокие скорости, поверхность сушилки Янки в большинстве случаев покрывается одним или более реактивов, которые могут включать, например, адгезивные смолы, антиадгезивы, модификаторы, поверхностно-активные вещества и пластификаторы. Эти реактивы для покрытия снижают скорость износа крепящего ракеля и, в свою очередь, защищают поверхность сушилки Янки. Реактивы для покрытия также способствуют прилипанию волокнистого полотна к поверхности сушилки Янки. Улучшенная адгезия способствует более быстрому высыханию влажного волокнистого полотна в нагретой сушилке Янки. Улучшенная адгезия также способствует поддержанию достаточно эффективного и стабильного крепирования, когда сухое полотно контактирует с крепящим ракелем, обеспечивая требуемые свойства листа.

Реактивы для покрытия обычно выпускаются в форме водной композиции, которую можно наносить на поверхность нагретой сушилки Янки с использованием распылительной штанги до контактирования волокнистого полотна с цилиндром. При контактировании с горячей поверхностью сушилки Янки вода в виде капель водной композиции покрытия, распыленной на поверхность сушилки Янки, испаряется и формируется клейкий слой покрытия. Крепящий ракель сконфигурирован таким образом, что кончик лезвия находится непосредственно под поверхностью слоя покрытия, сформированного на поверхности сушилки Янки. При отсутствии волокнистого полотна

крепирующий ракель таким образом удаляет верхнюю часть слоя покрытия, сформированного на поверхности сушилки Янки.

В процессе крепирования твердость покрытия на поверхности цилиндра Янки может со временем относительно увеличиваться и, таким образом, покрытие становится относительно менее эффективным в отношении защиты поверхности сушилки Янки и снижения скорости износа ракеля, позволяющего отделить высушенное волокнистое полотно. Относительно более твердый материал покрытия можно удалить крепирующим ракелем и такой материал может приобретать вид дисперсного, гранулированного или пылевидного материала, который в большинстве случаев называют «пылью покрытия». Поскольку слой покрытия на поверхности сушилки Янки становится относительно более твердым, скорость износа кончика крепирующего ракеля может увеличиться. В некоторых случаях такое затвердевание слоя покрытия может вызвать вибрацию крепирующего ракеля, что приводит к неоднородностям на поверхности слоя покрытия, часто в виде ряда полос в слое покрытия, называемых «следами вибрации». Такие следы вибрации могут влиять на прилипание волокнистого полотна к поверхности сушилки Янки, что, в свою очередь, влияет на полноту высушивания волокнистого полотна и на его последующее удаление в процессе крепирования. Кроме того, поскольку твердость слоя покрытия на поверхности сушилки Янки относительно повышается, кончик крепирующего ракеля может перемещаться из своего исходного положения относительно слоя покрытия и, таким образом вместо того, чтобы оставаться погруженным в слой покрытия, ракельный нож может оказаться на границе раздела между слоем покрытия и волокнистым полотном. На этом участке процесс крепирования является менее эффективным для придания требуемых свойств волокнистому полотну, когда оно удаляется с поверхности сушилки Янки.

В ходе некоторых операций крепирования в составе композиции покрытия используют водорастворимый поливиниловый спирт для обеспечения более толстого слоя покрытия. Такой слой покрытия можно удалить с поверхности сушилки Янки с лентообразной структурой. Этот слой покрытия считается более мягким и поэтому в меньшей степени чувствителен к отверждению. Однако, когда поливиниловые спирты используют в качестве единственного реактива для

покрытия, адгезия, обеспечиваемая слоем покрытия, может снижаться, по сравнению с требуемой адгезией для обеспечения необходимого контроля процесса крепирования, что приводит к субоптимальным физическим свойствам удаленного волокнистого полотна. Было установлено, что для улучшения адгезии слоя покрытия добавление крепящего адгезива в водную композицию покрытия может привести к увеличению адгезии. Однако добавление адгезива приводит к тому, что твердость композиция покрытия относительно повышается, оказывая тем самым отрицательное действие, как было указано выше.

Соответственно, существует необходимость в обеспечении улучшенных композиций покрытия для применения в ходе операций в сушилке Янки. Улучшенные композиции покрытия должны оказывать достаточный адгезионный эффект на волокнистое полотно таким образом, чтобы после удаления из сушилки полученное бумажное изделие будет проявлять требуемые физические свойства текстуры поверхности, прочности на разрыв и объема. Кроме того, желательно исключить тенденцию увеличения твердости улучшенных композиций покрытия в течение времени, чтобы предотвратить износ ракеля и/или снижение вышеупомянутых требуемых физических свойств. Кроме того, другие требуемые признаки и характеристики предмета изобретения представляются очевидными при прочтении следующего подробного описания предмета изобретения и прилагаемой формулы изобретения, в совокупности с прилагаемыми фигурами и предпосылками создания настоящего изобретения.

Краткое описание вариантов осуществления настоящего изобретения

Настоящее изобретение относится к композициям покрытия для применения при получении изделий из крепированной бумаги и способам их получения.

В одном типичном варианте осуществления способ получения адгезивной смолы для применения в композиции покрытия в процессе получения крепированной бумаги включает стадию взаимодействия поликарбоневой кислоты или производного поликарбоневой кислоты с полиамином, при этом образуется промежуточный полиамидамин. Молярное соотношение полиамин/поликарбоневая кислота или /производное карбоневой кислоты составляет от приблизительно 0,9:1 до приблизительно 1,6:1. Способ

дополнительно включает стадию взаимодействия полиэфирамина с эпигалогенгидрином, при этом получают промежуточный полиэфираминоэпигалогенгидрин. Молярное соотношение полиэфирамин/эпигалогенгидрин составляет от 0,5:1 до приблизительно 4,0:1.

5 Кроме того, способ включает стадию взаимодействия промежуточного полиамидоамина с промежуточным полиэфирамин/эпигалогенгидрином, при этом получают смолу полиамидоамин полиэфирамин/эпигалогенгидрин. Соотношение сухой массы промежуточного соединения полиэфирамин-эпигалогенгидрин/полиамидоамин составляет от приблизительно 0,07:1 до
10 приблизительно 0,62:1. Необязательно, способ может включать стадию взаимодействия полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы с бифункциональным сшивающим агентом. Соотношение дифункциональный сшивающий агент/полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновая смола в расчете на сухую массу находится в интервале от приблизительно
15 0,005:1 до приблизительно 0,2:1. Кроме того, необязательно, способ может включать стадию доведения рН полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы с использованием кислоты до значения от приблизительно 2,0 до приблизительно 9,0.

Данное краткое описание вариантов осуществления предназначено для
20 упрощения выбора концепций, которые дополнительно описаны ниже в разделе Подробное описание вариантов осуществления. Настоящее краткое изложение не предназначено для определения основных признаков или существенных признаков заявленного объекта изобретения, а также не предназначено для использования при определении объема заявленного объекта изобретения.

25 Краткое описание фигур

Настоящее изобретение далее будет описано со ссылкой на следующие фигуры, на которых аналогичные цифры обозначают аналогичные элементы.

На фиг. 1 представлена блок-схема, иллюстрирующая способ получения композиции покрытия для применения при получении изделий из крепированной
30 бумаги в соответствии с некоторыми вариантами осуществления настоящего изобретения.

На фиг. 2 представлена экспериментальная установка для проведения испытаний на крепирующую адгезию, используемая в соответствии с некоторыми вариантами осуществления настоящего изобретения.

5 На фиг. 3 представлена экспериментальная установка для проведения испытаний на отслаивание в соответствии с некоторыми вариантами осуществления настоящего изобретения.

На фиг. 4 представлена функциональная схема устройства, имитирующего крепирование, использованного в соответствии с некоторыми вариантами осуществления настоящего изобретения.

10 На фиг. 5 представлена диаграмма, иллюстрирующая применение устройства, имитирующего крепирование, и указанного на фиг. 4.

15 На фиг. 6 представлена лентообразная характеристика материала, удаленного из слоя покрытия, что позволяет рассматривать его как более мягкий, и в большей степени поддающийся обработке, а также характеризующийся большей целостностью.

На фиг. 7 проиллюстрирована дисперсная и гранулированная природа материала, удаленного из слоя покрытия, что указывает на слой твердого покрытия, характеризующегося низкой целостностью.

20 На фиг. 8 представлен график, иллюстрирующий результаты испытаний на крепирующую адгезию, выполненных в соответствии с некоторыми примерами настоящего изобретения.

На фиг. 9 представлен график, иллюстрирующий результаты испытаний на отслаивание, выполненных в соответствии с некоторыми примерами настоящего изобретения.

25 На фиг. 10 представлен график, иллюстрирующий результаты испытаний на устройстве, имитирующем крепирование, выполненных в соответствии с некоторыми примерами настоящего изобретения.

30 На фиг. 11 представлены изображения, иллюстрирующие степень крепирования, наблюдаемую в результате испытаний в устройстве, имитирующем крепирование, выполненных в соответствии с некоторыми примерами настоящего изобретения.

На фиг. 12 представлен график, иллюстрирующий результаты испытаний на способность поддаваться обработке, выполненных в соответствии с некоторыми примерами настоящего изобретения.

Подробное описание вариантов осуществления настоящего изобретения

5 Следующее подробное описание представлено только для иллюстрации сущности изобретения и не предназначено для ограничения объема изобретения или областей применения изобретения. В настоящем документе слово «типичный» означает «служащий примером, случаем применения или иллюстрацией». Таким образом, любой вариант осуществления, описанный в
10 данном контексте как «типичный», не обязательно следует рассматривать как предпочтительный или обеспечивающий благоприятный эффект по сравнению с другими вариантами осуществления. Все описанные в данном контексте варианты осуществления являются типичными вариантами осуществления, предоставленными для того, чтобы дать возможность специалистам в данной
15 области техники осуществлять или использовать изобретение, но не ограничивать объем изобретения, который определен в формуле изобретения. Кроме того, авторы настоящего изобретения утверждают, что аспекты изобретения не связаны с какой-либо известной или предполагаемой теорией, описанной в предшествующей области техники, предпосылках создания
20 изобретения, кратком описании или следующем подробном описании.

Если не указано иное или представляется очевидным из контекста, термин «приблизительно» следует понимать как находящийся в пределах интервала нормального допустимого отклонения в данной области техники, например, в пределах значения 2 стандартных отклонений от среднего значения.
25 «Приблизительно» можно понимать как значения в пределах 10%, 5%, 1%, 0,5%, 0,1%, 0,05% или 0,01% от заявленного значения. Термин «приблизительно» в другом варианте можно понимать как подразумевающий точное заявленное значение. Если иное не представляется очевидным из контекста, все числовые значения, указанные в данном описании, указаны вместе с термином
30 «приблизительно».

Настоящее изобретение в основном относится к композициям покрытий на сушилке Янки и способам получения композиций покрытий на сушилке Янки. В одном из вариантов осуществления раскрытая композиция покрытия может

включать крепирующую адгезивную смолу, которая представляет собой продукт реакции полиамидоамина и полиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы.

Продукт реакции можно дополнительно подвергать взаимодействию с

бифункциональным сшивающим агентом, таким как эпигалогенгидрин, для

5 достижения требуемой конечной вязкости. Смола, полученная в результате

взаимодействия полиамидоамина и полиэфирамино-эпигалогенгидриновой

смолы, при нанесении в качестве композиции покрытия на сушилке Янки,

приводит к формированию слоя покрытия, который обеспечивает достаточную

адгезию к волокнистому полотну, высушиваемому на сушилке Янки, при этом

10 устойчив к отверждению в течение времени.

Настоящее изобретение, кроме того, относится к способу (100) получения

вышеописанной крепирующей адгезивной смолы. В одном из вариантов способ

включает стадию (102) взаимодействия поликарбоновой кислоты или

производного поликарбоновой кислоты с полиамином, при этом образуется

15 полиамидоамин; стадию (104) взаимодействия полиэфирамина с

эпигалогенгидрином, при этом образуется полиэфирамино-

эпигалогенгидриновая смола; и стадию (106) использования продукта реакции

полиэфирамина и эпигалогенгидрина, полученных на стадии (104), в качестве

полифункционального сшивающего агента для взаимодействия с

20 полиамидоамином, полученного на стадии (102), при этом получают

полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновую смолу. В некоторых

вариантах осуществления способ может дополнительно включать стадию (108)

дальнейшего взаимодействия полиамидаминополиэфираминоэпигалоген-

гидриновой смолы с бифункциональным сшивающим агентом для увеличения

25 вязкости полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы. В

дополнительных вариантах осуществления способ может включать стадию (110)

доведения рН полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы до значения от приблизительно 2,0 до приблизительно 9,0.

Ссылаясь на стадию (102), указанную выше, в одном варианте

30 осуществления поликарбоновую кислоту можно выбрать из щавелевой кислоты,

малоновой кислоты, янтарной кислоты, глутаровой кислоты, глутаминовой

кислоты, адипиновой кислоты, пимелиновой кислоты, субериновой кислоты,

азелаиновой кислоты, себациновой кислоты, малеиновой кислоты, фумаровой,

терефталевой, лимонной, нитрилотриуксусной, этилендиаминтетрауксусной кислоты и смесей двух или более из них. В некоторых вариантах поликарбоновая кислота может представлять собой глутаровую кислоту и/или адипиновую кислоту. В конкретном варианте поликарбоновая кислота может
5 являться адипиновой кислотой.

Как указано выше, производные поликарбоновых кислот можно использовать вместо или в комбинации с поликарбоновыми кислотами, перечисленными выше. Такие производные могут включать, например, диметилмалонат, диэтилмалонат, диметилсукцинат, диметилглутарат,
10 диэтилглутарат, диметилглутамат, диэтилглутамат, диметиладипат, диэтиладипат, диметилтерефталат, янтарный ангидрид, малеиновый ангидрид, глутарилхлорид, адипоилхлорид и смеси двух или более из них.

Продолжая ссылаться на стадию (102) выше, в одном варианте полиамин выбирают из полиалкиленполиаминов. Например, полиамин можно выбрать из
15 полиэтиленполиаминов, полипропиленполиаминов, полибутиленполиаминов, полипентилениполиаминов, полигексилениполиаминов и смесей двух или более из них. Неограничивающие примеры вышеизложенного включают этилендиамин, гексаметилендиамин, диэтилентриамин, триэтилентетрамин, тетраэтиленпентамин, дипропилентриамин, бис-гексаметилентриамин, N-
20 метилбис(аминопропил)амин, аминоэтилпиперазин, бис-аминоэтилпиперазин, пиперазинэтилендиамин, трис(2-аминоэтил)амин и смеси двух или более из них. В конкретном варианте полиамин может включать смесь диэтилентриамин и триэтилентетрамина, где массовое соотношение составляет от приблизительно 99:1 до приблизительно 1:99, например, от приблизительно 80:20 до
25 приблизительно 20:80, например, от приблизительно 70:30 до приблизительно 30:70.

В одном из вариантов молярное отношение общего числа первичных аминогрупп полиамина или смеси полиаминов к общему числу групп карбоновых кислот или производных групп карбоновых кислот в
30 поликарбоновой кислоте или смесях поликарбоновых кислот (или производных поликарбоновой кислоты или смесях производных поликарбоновых кислот) может составлять от приблизительно 1,30:1 до приблизительно 0,80:1, например, от приблизительно 1,25:1 до приблизительно 0,85:1, например, от

приблизительно 1,20:1 до приблизительно 0,90:1. В более общем смысле молярное отношение полиамина к поликарбонической кислоте или производному карбонической кислоты может составлять от приблизительно 0,9:1 до приблизительно 1,6:1.

5 Температуры, используемые для проведения реакции на стадии (102), могут составлять от приблизительно 110°C до около 250°C при атмосферном давлении, например, от приблизительно 130°C до приблизительно 230°C, например, от приблизительно 160°C до приблизительно 210°C. При использовании
10 пониженного давления можно использовать в некоторой степени более низкие температуры. Время, необходимое для завершения реакции на стадии (102), зависит от используемых температур и давлений реакции и может изменяться от приблизительно 30 мин до 7 ч, например, от приблизительно 1 ч до приблизительно 5 ч. Реакцию продолжали до значительной степени уровня завершения, что определяется развитием пониженной удельной вязкости (RSV)
15 промежуточного полиамидамина. Величину RSV промежуточного полиамидамина можно определить при измерении времени истечения 2%-ного раствора промежуточного полиамидамина в растворителе, 1н. хлориде аммония, через капиллярный вискозиметр при 25°C, например, капиллярный вискозиметр Уббелюде. Определяли также время истечения растворителя, 1н.
20 хлорида аммония. Сниженную вязкость (RV) рассчитывали по следующему уравнению:

$$\eta_{\text{red}} = (t_s - t_o) / t_s$$

где:

η_{red} - сниженная вязкость,

25 t_o - время истечения растворителя, 1н. хлорида аммония, и

t_s - время истечения 2% мас./об. полиамидамина в растворителе, 1н.

хлориде аммония.

Затем сниженную удельную вязкость рассчитывали при делении сниженной вязкости на фактическую концентрацию используемого раствора
30 промежуточного полиамидамина по следующей формуле:

$$\eta_{\text{sp}} = \eta_{\text{red}} / c$$

где:

η_{sp} означает сниженную удельную вязкость (RSV) и с означает концентрацию в об.% раствора полиамидоамина в 1 н. хлориде аммония.

5 В соответствии с настоящим раскрытием взаимодействие между поликарбоновой кислотой и полиамином продолжается до тех пор, пока RSV не будет находиться в диапазоне от приблизительно 0,07 дл/г до приблизительно 0,25 дл/г, например, от приблизительно 0,08 до приблизительно 0,22 дл/г, например, от приблизительно 0,15 дл/г до приблизительно 0,21 дл/г.

10 В данном случае, ссылаясь на стадию (104) способа, описанного выше, в одном варианте осуществления полиэфирамины по настоящему изобретению могут содержать 1–3 первичных аминогруппы, например, 2 первичные аминогруппы. Например, полиэфирамины, которые содержат 2 первичные аминогруппы, определяются формулой:



15 где:

x равен от 0 до приблизительно 40;

y равен от приблизительно 0 до приблизительно 40, и

R означает либо H, либо CH₃.

20 В типичном варианте осуществления полиэфирамин может содержать 2 первичные аминогруппы, а x равен от 3 до 6, y равен от 9 до приблизительно 40, а R представляет собой CH₃. Например, полиэфирамин может содержать 2 первичные аминогруппы, а x равен 6, и y равен приблизительно 39, а R означает CH₃.

25 В некоторых вариантах осуществления эпигалогенгидрин может представлять собой эпифторгидрин, эпихлоргидрин, эпибромгидрин или смеси двух или более из них. В типичном варианте осуществления эпигалогенгидрин представлять собой эпихлоргидрин. В одном варианте молярное соотношение числа первичных аминогрупп полиэфирамина и эпигалогенгидрина может составлять от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 4,0:1, например, от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 2,5:1, например, от приблизительно 1,0:1 до приблизительно 2,0:1, и в одном варианте от приблизительно 1,1:1 до приблизительно 1,4:1.

30

В одном из вариантов реакцию между полиэфирамином и эпигалогенгидрином согласно стадии (104) можно проводить в водном растворе, где общее содержание твердых веществ составляет от приблизительно 10% до 95%, например, от приблизительно 20% до приблизительно 85%, например, от 5 приблизительно 35% до приблизительно 80%. Кроме того, температуры, используемые при проведении реакции между полиэфирамином и эпигалогенгидрином, могут составлять от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C, например, от приблизительно 30°C до приблизительно 75°C, например, от приблизительно 35°C до приблизительно 75°C.

10 Реакция между полиэфирамином и эпигалогенгидрином может привести к увеличению вязкости реакционной смеси. Вязкость реакционной смеси можно контролировать, используя, например, пузырьковые вязкостные трубки фирмы ВУК-Gardner. Измерение вязкости можно выполнить, извлекая образец 15 реакционной смеси и охлаждая его приблизительно до 25°C. Затем образец можно поместить в стандартную пузырьковую вязкостную трубку ВУК-Gardner, и скорость подъема пузырька для реакционного образца можно сравнивать с серией стандартных пузырьковых трубок Гарднера-Хольдта ВУК-Gardner, содержащих жидкости с различной вязкостью, все при 25°C. Вязкости серии стандартных пузырьковых трубок ВУК-Gardner обозначены буквами «А» - «Z», 20 где «А» представляет низкое значение вязкости, а «Z» представляет высокое значение вязкости. Значение рН реакционной смеси можно контролировать до значений от приблизительно 7,0 до приблизительно 9,0, чтобы ускорить развитие вязкости реакционной смеси, например, от приблизительно 8,0 до приблизительно 8,8, например, от приблизительно 8,3 до приблизительно 8,6. 25 Контроль рН реакционной смеси можно обеспечить при непрерывном добавлении водного раствора основания. Пригодные основания могут включать, но не ограничиваются ими, гидроксид натрия, гидроксид калия, карбонат натрия, бикарбонат натрия, карбонат калия, бикарбонат калия и смеси двух или более из них. Концентрация водной основы может составлять от приблизительно 30 5 мас.% до приблизительно 50 мас.%, например, от приблизительно 10 мас.% до приблизительно 40 мас.% %, например, от приблизительно 15 мас.% до приблизительно 30 мас.%. Когда вязкость образца реакционной смеси соответствует требуемому значению трубки ВУК-Gardner, реакцию можно

остановить при добавлении воды и кислоты. Затем реакционную смесь можно дополнительно разбавить водой, а рН смеси можно дополнительно отрегулировать. Пригодные кислоты, которые можно использовать для остановки реакции между полиэфирамином и эпигалогенгидрином, а затем для регулировки рН смеси, включают, но не ограничиваются ими, неорганические кислоты, такие как серная кислота, фосфорная кислота, фосфористая кислота, фосфиновая кислота, азотная кислота, азотистая кислота, соляная кислота, бромистоводородная кислота и йодистоводородная кислота. Пригодные кислоты могут также включать органические карбоновые кислоты, такие как, но не ограничиваясь ими, муравьиная кислота, уксусная кислота, пропионовая кислота, масляная кислота и бензойная кислота. Можно также использовать комбинации таких кислот.

Значение рН промежуточного полиэфирамино-эпигалогенгидрина может составлять от приблизительно 2,0 до приблизительно 8,0, например от приблизительно 6,0 до приблизительно 8,0, например, от приблизительно 7,0 до приблизительно 7,7. Суммарное содержание твердых веществ в промежуточном полиэфирамино-эпигалогенгидрине может составлять от приблизительно 15% до приблизительно 25%, например, от приблизительно 17% до приблизительно 23%, например от приблизительно 19% до приблизительно 21%. Вязкость по Брукфилду промежуточного полиэфирамино-эпигалогенгидрина (при 25°C, определенная с помощью вискозиметра Brookfield DV II+ Pro, оснащенного шпинделем LV61 и установленного на вращение со скоростью 60 об/мин), может составлять от приблизительно 20 мПа·с до приблизительно 60 мПа·с, например, от приблизительно 25 мПа·с до приблизительно 55 мПа·с, например, от приблизительно 30 мПа·с до приблизительно 50 мПа·с.

В данном случае, ссылаясь на стадию (106) способа, описанного выше, промежуточный полиамидоамин взаимодействует с промежуточным полиэфирамином. Массовое соотношение суммарного содержания промежуточного полиэфираминогалогенгидрина в расчете на сухую массу и содержанием промежуточного полиамидоамина в расчете на сухую массу может составлять от приблизительно 0,07:1 до приблизительно 0,62:1, например, от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 0,35:1, например, от приблизительно 0,13:1 до приблизительно 0,18:1. Реакция между промежуточным

полиамидамином и промежуточным полиэфираминоэпигалогенгидрином можно проводить в водном растворе, где суммарное содержание твердых веществ в реакционной смеси составляет от приблизительно 20% до приблизительно 50%, например, от приблизительно 25% до приблизительно 40%, например, от приблизительно 28% до приблизительно 33%. Температура, используемая для реакции между промежуточным полиамидамином и промежуточным полиэфираминоэпигалогенгидрином, может составлять от приблизительно 20°C до приблизительно 80°C, например, от приблизительно 25°C до приблизительно 70°C, например, от приблизительно 25°C до 60°C.

10 Промежуточный продукт полиэфираминогалогенгидрин можно добавлять к промежуточному продукту полиамидамина, когда температура составляет от приблизительно 60°C до приблизительно 65°C. Затем при необходимости можно добавлять воду для получения требуемого суммарного содержания твердых веществ в реакционной смеси. Промежуточный продукт полиэфирамино-

15 эпигалогенгидрин можно также добавлять, когда начальная температура составляет приблизительно 25°C, воду добавлять для достижения требуемого суммарного содержания твердых веществ в реакционной смеси, а затем всю реакционную смесь нагревают, например, до температуры приблизительно 60°C.

Реакционную смесь можно выдерживать при требуемой температуре реакции в течение от приблизительно 60 мин до приблизительно 360 мин, например, от приблизительно 180 мин до приблизительно 300 мин, например, от приблизительно 230 мин до приблизительно 250 мин. В одном варианте осуществления в результате реакции между промежуточным полиэфираминогалогенгидрином и промежуточным полиамидамином в соответствии со

25 стадией (106) способа происходит к увеличению вязкости реакционной смеси. Вязкость реакционной смеси можно контролировать с использованием серии стандартных пузырьковых трубок Гарднера-Хольдта ВУК-Gardner в соответствии с вышеупомянутой процедурой, описанной в связи с получением промежуточного полиэфирамино-эпигалогенгидрина. Если вязкость образца

30 реакционной смеси превышает требуемое значение по данным трубки вискозиметра ВУК-Gardner (V) до истечения указанного выше времени реакции, можно добавить воду, продолжая нагревать реакционную смесь, и затем

продолжать проводить реакцию при полученном более низком содержании твердых веществ.

Температуру реакции после добавления воды можно поддерживать при том же значении, что и до добавления воды, или можно увеличить до более высокого значения. Например, при необходимости можно использовать более высокую температуру после того, как реакционную смесь разбавляли до более низкого содержания твердых веществ, чтобы ускорить завершение реакции. Вязкость реакционной смеси можно контролировать с помощью трубок вискозиметра ВУК-Gardner до достижения значения вязкости от приблизительно вязкости трубки «U» до приблизительно вязкости трубки «V». Затем можно добавлять дифункциональные сшивающие агенты для ускорения развития вязкости реакционной смеси, как описано выше в связи со стадией (108). Пригодные сшивающие агенты, которые можно использовать для ускорения развития вязкости, включают, но не ограничиваются ими, эпигалогенгидрины, такие как эпифторгидрин, эпихлоргидрин, эпибромгидрин, эпииодгидрин и смеси двух или более из них. Другие пригодные дифункциональные сшивающие агенты могут включать глицидилмезилат, глицидилтозилат и диэпоксиды, такие как диглицидиловый эфир этиленгликоля и диглицидиловый эфир 1,4-бутандиола, и смеси двух или более из них. В типичном варианте дифункциональный сшивающий агент может представлять собой эпихлоргидрин. Массовое соотношение дифункциональный сшивающий агент, используемый для ускорения развития вязкости реакционной смеси/промежуточный полиамидамин в расчете на сухую массу, может составлять от приблизительно 0,005:1 до приблизительно 0,2:1, например, от приблизительно 0,01:1 до приблизительно 0,15:1, например, от приблизительно 0,02:1 до приблизительно 0,10:1. Масса дифункционального сшивающего агента, необходимая для достижения значения вязкости по данным пузырькового вискозиметра ВУК-Gardner от приблизительно «U» до приблизительно «V», зависит от значения вязкости вискозиметра ВУК-Gardner, определенного после разбавления реакционной смеси до более низкого содержания твердых веществ после реакции между промежуточным полиамидамином и промежуточным полиэфирамином.

Когда вязкость реакционной смеси, измеренная с помощью пузырькового трубчатого вискозиметра фирмы ВУК-Gardner, достигает значения от приблизительно «U» до приблизительно «V», нагревание реакционной смеси следует прекратить, и добавить воду для разбавления реакционной смеси и охладения реакционной смеси до приблизительно 25°C, при этом получают продукт, полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидрин. рН реакционной смеси можно при необходимости отрегулировать кислотой, как описано выше в соответствии со стадией (110). Пригодные кислоты, которые можно использовать для корректировки значения рН продукта, включают, но не ограничиваются только ими, минеральные кислоты: серную кислоту, фосфорную кислоту, фосфористую кислоту, фосфиновую кислоту, азотную кислоту, азотистую кислоту, соляную кислоту, бромистоводородную кислоту и йодистоводородную кислоту, а также смеси двух или более из них. Пригодные кислоты могут дополнительно включать органические карбоновые кислоты, такие как, но не ограничиваясь только ими, муравьиная кислота, уксусная кислота, пропионовая кислота, масляная кислота и бензойная кислота. Можно также использовать комбинации таких кислот. Значение рН продукта реакции может составлять от приблизительно 2,0 до 9,0, например, от приблизительно 4,0 до приблизительно 8,5, например, от приблизительно 7,8 до приблизительно 8,2.

Как было отмечено выше, продукт, полиамидамино-полиэфирамино-эпигалогенгидрин, как описано выше, можно использовать в качестве адгезионной смолы для композиций покрытий, предназначенных для использования в сочетании с сушилкой Янки в процессе получения крепированной бумаги. Композиции покрытий могут находиться в форме растворов или дисперсий и их можно использовать в комбинации с одним или более других компонентов. Другими компонентами композиций покрытий могут являться водорастворимые полимеры, такие как, но не ограничиваясь только ими, полиаминоэпихлоргидриновые смолы, полиамидаминоэпихлоргидриновые смолы, поливиниловые спирты, поливиниламины, полиэтиленимины, полиакриловая кислота, полиметакриловая кислота, полиакриламид, полиметакриламид, полигидроксиэтилакрилат, полигидроксиэтилметакрилат, поливинилпирролидон, полиэтиленоксид, гидроксипропилцеллюлоза,

5 гидроксипропилцеллюлоза, карбоксиметилцеллюлоза, гуаровая камедь, крахмал, агар, хитозан, альгиновая кислота и смеси двух или более из них. При комбинировании с другими водорастворимыми полимерами в составе композиции покрытия массовое отношение продукта полиамидоаминополиэфир-аминоэпигалогенгидрина, полученного в соответствии со способом по
10 настоящему изобретению, к другим водорастворимым полимерам может находиться в диапазоне от приблизительно 0,01:0,99 до приблизительно 0,99:0,01, например, от приблизительно 0,10:0,90 до приблизительно 0,90:0,10, например, от приблизительно 0,20:0,80 до приблизительно 0,80, до
15 приблизительно 0,20.

В некоторых вариантах композиции покрытий согласно настоящему изобретению могут дополнительно включать один или более диспергирующих агентов, а также другие добавки, которые могут влиять на процесс
15 крепирования. Другие добавки могут включать поверхностно-активные вещества, диспергирующие агенты, соли для регулирования жесткости воды, кислоты или основания для регулирования значения pH композиций покрытий, модификаторы и/или другие используемые добавки, известные в данной области
20 техники. Бумажные изделия, изготовленные в процессе крепирования с использованием композиций покрытий, как описано выше, могут включать, но не ограничиваясь только ими, туалетную бумагу, носовые платки, салфетки, бумажные салфетки, бумажные полотенца, фильтровальную бумагу и кофейные
25 фильтры.

Примеры

В этом разделе настоящее изобретение будет проиллюстрировано
25 следующими неограничивающими примерами. Следует отметить, что различные изменения и модификации можно применять к следующим примерам и процессам, не выходя за пределы объема настоящего изобретения, который определен в прилагаемых пунктах формулы изобретения. Поэтому следует
30 отметить, что следующие примеры следует рассматривать только как иллюстративные, но ни в каком смысле не ограничивающие объем изобретения.

Экспериментальная часть – испытание на адгезию при крепировании (САТ)

Испытание на адгезию при крепировании (САТ) позволяет измерить потенциальную адгезионную прочность состава покрытия в направлении,

перпендикулярном поверхности сушилки Янки при необходимой температуре. Это устройство включает круглую чугунную плиту диаметром 7,5 см, которая установлена на электрически нагреваемом блоке, присоединенном к нижнему зажиму прибора для испытания материалов Zwick 005. Над плитой находится зажимное приспособление, позволяющее прикрепить образец бумаги с помощью двухстороннего скотча и связанное с тензодатчиком. Верхнее приспособление способно приводить образец бумаги в контакт с поверхностью чугунной плиты, а затем удалять бумагу с чугунной плиты. Вышеупомянутая экспериментальная установка проиллюстрирована на фиг. 2.

Образец бумаги изготовлен из смеси 70:30 волокон лиственных и хвойных пород древесины и укреплен во влажном состоянии с помощью добавления полиамидамино-эпихлоргидриновой смолы для повышения прочности во влажном состоянии и карбоксиметилцеллюлозы. Он характеризуется граммажом приблизительно 68 г/м² и отношением прочности на разрыв во влажном состоянии к прочности на разрыв в сухом состоянии приблизительно 26%.

Чугунную плиту нагревали и поддерживали необходимую температуру. Затем 1,2 мл 4 мас.% раствора тестируемого покрытия наносили по возможности равномерно на поверхность чугунного блока с помощью распылителя (аэрографа). После нанесения исследуемого раствора и высыхания верхний зажим опускает образец бумаги (со скоростью 50 мм/мин) на чугунную плиту до тех пор, пока не будет зарегистрирована сжимающая сила 300 Н. Затем верхний зажим отделяет образец бумаги от поверхности чугунного блока со скоростью 3000 мм/мин. Силу, необходимую для отделения бумаги от поверхности чугунного блока, делили на площадь поверхности чугунной плиты, при этом получали значение прочности САТ, что является мерой адгезионной прочности состава покрытия.

Экспериментальная часть – испытание на отслаивание

Другим испытанием, используемым для оценки прочности адгезии исследуемой композиции покрытия, является испытание на отслаивание. Это испытание включает прикрепление нетканого материала к поверхности металлической пластины из нержавеющей стали, а затем измерение силы отслаивания нетканого материала от поверхности металлической пластины. Вышеупомянутая экспериментальная установка представлена на фиг. 3.

Используемое тканое полотно представляет собой полотно, полученное влажным формованием, плотностью 50 г/м² (ВО 505), изготовленное из 60% полиэфирсульфона (PES), 20% вискозы (CV) и 20% древесной целлюлозы, выпускаемое фирмой Freudenberg Performance Materials. Размеры металлической пластины составляли 100 мм на 25 мм. Поверхность металлической пластины обезжиривали с помощью петролейного эфира. Нетканое полотно разрезали на куски размером 250 мм × 25 мм.

100 мм нетканого исследуемого полотна погружали в 2 об.% раствор состава покрытия, и раствором пропитывали ткань. Затем пропитанную часть нетканого полотна укладывали и располагали на поверхности металлической пластины. Любые появляющиеся пузырьки воздуха осторожно вдавливали, и сразу после правильного расположения на пластине, пластину и ткань помещали на горячую пластину с установленной температурой поверхности приблизительно 145°C. Затем ткань высыхала и прилипала к пластине. Во время процесса сушки температуру поверхности ткани контролировали с помощью инфракрасного температурного зонда с коэффициентом излучения, установленным на значении 0,95. Когда поверхность ткани, расположенной на металлической пластине, достигала температуры 145°C, ее рассматривали как сухую.

Через 3 мин выдерживания на горячей плите при 145°C 20 мм полотна отслаивали, чтобы обнажить часть металлической пластины. Эту открытую часть пластины затем закрепляли в нижнем зажиме прибора для испытания материалов Zwick 005. К верхнему зажиму прибора для испытания материалов Zwick 005 закрепляли тензодатчик, который позволяет измерить силу, необходимую для отслаивания ткани от металлической пластины. После закрепления исследуемой пластины в нижнем зажиме прибора для испытания материалов Zwick 005 температуру поверхности полотна, прикрепленного к металлической пластине, контролировали с помощью инфракрасного температурного зонда. Когда температура поверхности полотна, прикрепленного к металлической пластине, снижалась до определенной необходимой температуры, верхнюю часть исследуемого полотна быстро зажимали верхним зажимом прибора для испытания материалов Zwick 005 таким образом, чтобы исследуемое полотно не провисало. Затем испытание начинали с перемещения

верхнего зажима со скоростью 1000 мм/мин, отслаивая полотно от поверхности металлической пластины. Датчик нагрузки, прикрепленный к верхнему зажиму, определял силу, необходимую для отслаивания полотна от поверхности металлической пластины. Среднюю силу, необходимую для отслаивания
5 полотна от поверхности металлической пластины, делили на ширину металлической пластины, чтобы рассчитать прочность на отслаивание адгезивной композиции.

Экспериментальная часть – имитатор крепирования

Для оценки характеристик крепирования композиции покрытия
10 использовали устройство, называемое «имитатором крепирования». Функциональная схема имитатора крепирования представлена на фиг. 4, а процесс крепирования с использованием этого устройства представлен на фиг. 5. Устройство использовали для моделирования процесса сушки и крепирования как бумажных салфеток, так и полотенец. Бумага, используемая в устройстве
15 имитатора крепирования, изготовлена из смеси 70:30 волокон лиственных и хвойных пород древесины. Бумага характеризовалась граммажом приблизительно 18 г/м² и ее резали на куски размером приблизительно 50,8 см (20 дюймов) в длину и приблизительно 7,6 см (3 дюйма) в ширину.

Устройство, показанное на фиг. 4, включало следующие компоненты.

20 1. Нагреваемая сушилка Янки представляет собой цилиндр диаметром 0,40 м (16 дюймов) и шириной 0,092 м (3,75 дюйма). Корпус цилиндра выполнен из чугуна аналогичного типа по сравнению со стандартным сушильным цилиндром Янки, используемом для получения бумажных салфеток и полотенец. Цилиндр нагревали изнутри с помощью излучающих нагревателей с достаточной
25 тепловой мощностью для нагрева внешней поверхности цилиндра до температур, типичных для промышленных сушильных цилиндров Янки, например, от приблизительно 90°C до приблизительно 140°C. Для вращения цилиндра использовали серводвигатель. Серводвигатель способен развивать скорость до приблизительно 1400 м/мин, что эквивалентно скорости, с которой
30 эксплуатируют многие машины по производству бумажных салфеток и полотенец.

2. Узел крепящего лезвия с измерительными приборами удерживал крепящее лезвие в фиксированном, но регулируемом положении и

устанавливал лезвие над поверхностью сушилки Янки для крепирования листа, приклеенного к поверхности сушилки Янки. Узел включал многоосевой датчик силы, который измерял нагрузку, которую испытывает лезвие как по касательной к поверхности сушилки Yankee (сила крепирования), так и перпендикулярно поверхности сушилки Yankee (сила нагрузки на лезвие).

Размещение узла лезвия выполняли с помощью серводвигателя. Длина листа, приклеенного к поверхности сушилки Янки, была меньше длины окружности цилиндра сушилки Янки, и, таким образом, процесс крепирования завершался за долю секунды. Из-за такого короткого промежутка времени управление движением узла лезвия осуществляли с помощью позиционного контроля. Перед операцией крепирования, когда сушилка Янки находилась в неподвижном положении, узел лезвия перемещали таким образом, чтобы лезвие соприкасалось с цилиндром сушилки Янки. Положение регулировали до достижения требуемой нагрузки, приложенной перпендикулярно к поверхности сушилки Янки.

3. Распылитель для композиции покрытия использовали для нанесения покрытия на сушилку Янки. Компоненты композиции покрытия предварительно смешивали и выдерживали в контейнере под давлением. Воздушную распылительную форсунку, управляемую с помощью электромагнитных клапанов, использовали для распыления композиции покрытия на нагретую поверхность сушилки Янки. Количество распыляемой композиции контролировали с помощью регулирования продолжительности распыления. Тепловой поток от нагревателей, используемых для нагрева сушилки Янки, был меньше по сравнению с конденсирующимся паром. Поэтому использовали временную задержку перед нанесением листа, подлежащего крепированию, чтобы позволить воде в составе покрытия испариться. Распыление осуществляли при вращении цилиндра сушилки Янки со скоростью приблизительно 1-2 об/с.

4. Водяной распылитель и передаточный валик использовали для смачивания листа, предназначенного для крепирования, и для его нанесения на сушилку Янки. Передаточный валик представлял собой вакуумный валик, который активировали серводвигателем. Вакуум использовали для удержания листа на передаточном валике. Лист вручную помещали на неподвижный передаточный валик, затем валик приводили во вращение с заданной скоростью и активировали распыление воды. Влажность листа регулировали при изменении

скорости вращения передаточного валика. После смачивания листа распыляемую композицию покрытия наносили на сушилку Янки. После завершения сушки композиции покрытия передаточный валик механически опускали с предварительно заданной нагрузкой до контакта, в то время как сушилка Янки вращалась со скоростью приблизительно 1-2 об/с. Таким образом, лист наслаивали на сушилку Янки.

Стандартный процесс использования имитатора крепирования для имитации процесса крепирования, как показано на фиг. 5, включает следующие этапы.

- 10 1. Установить нагрузку для передаточного валика на сушилке Янки.
2. Определить положение лезвия для требуемой нагрузки на лезвие в ходе крепирования.
3. Положить лист на передаточный валик и смочить лист распыляемой водой.
- 15 4. Нанести композицию для покрытия на сушилку Янки с помощью системы распыления покрытия.
5. Подождать в течение заданного времени, чтобы высушить композицию для покрытия.
6. Опустить передаточный валик на сушилку Янки и применить заданную
20 нагрузку, чтобы наслоить влажный лист на сушилку Янки, затем отсоединить передаточный валик от сушилки Янки.
7. Подождать в течение заданного времени для частичного высыхания листа.
8. Увеличить скорость вращения сушилки Янки до требуемой скорости.
- 25 9. Быстро переместить лезвие для крепирования в предварительно заданное положение для крепирования таким образом, чтобы начальная точка контакта находилась в секции сушилки Янки, покрытой листом, и наблюдать крепирование листа.
10. Вернуть лезвие для крепирования в положение, в котором оно не
30 соприкасается с сушилкой Янки.
11. Вернуть скорость вращения сушилки Янки к значению приблизительно 1-2 об/с.
12. Очистить сушилку Янки.

Качество листа, полученного на устройстве, имитирующем крепирование, оценивали при измерении длины крепированной бумаги и выражения ее в виде отношения к исходной длине бумаги, как указано в следующей формуле:

$$\text{степень крепирования} = (L - x)/L,$$

5 где L - исходная длина бумаги до крепирования, а x - длина крепированного/уплотненного листа.

Затем крепированный лист растягивали с помощью прикрепления груза массой 50 г к концу крепированного листа, который затем подвешивали вертикально. В результате этого действия происходит вытягивание любой «ложной» крепированной структуры. После вытягивания бумаги длину бумаги снова измеряли и определяли степень крепирования «при растяжении», как 10 указано в следующей формуле:

$$\text{степень крепирования при растяжении} = (L - y)/L,$$

где y - длина растянутой бумаги.

15 «Качество крепирования» представляет собой отношение степени крепирования при растяжении и степени крепирования, как указано в следующей формуле:

$$\text{качество крепирования} = \text{степень крепирования при растяжении} / \text{степень крепирования} \times 100.$$

20 Если значение качества крепирования снижается и стремится к 0%, то структуру крепа рассматривают как «грубую». Если значение качества крепирования повышается и стремится к 100%, то структуру крепа рассматривают как «тонкую». Тонкая структура крепа считается необходимой для получения мягкого листа. Характеристики крепирования полотна с 25 покрытием также можно оценить дополнительно, осмотрев лист под микроскопом или другим устройством для анализа изображений и подсчитав количество выступов, полученных в листе на определенную длину. Это количество называют «индексом крепирования». Увеличение индекса крепирования рассматривают как соответствующее более мягкому листу.

30 Экспериментальная часть – испытание на способность поддаваться обработке

Для оценки способности «поддаваться обработке» применяли устройство, имитирующее крепирование с использованием модифицированной процедуры.

Термин «способность поддаваться обработке», используемый в данном контексте, относится к относительной простоте, с которой полотно удаляют с поверхности сушилки без образования дефектов или без необходимости частой смены лезвий для предотвращения чрезмерного зарастания лезвия. Основные отличия заключались в том, что не использовали лист, композицию покрытия наносили с помощью повторных операций распыления и применяли несколько положений крепирующего лезвия. Использовали следующую процедуру.

1. Определить положение лезвия для стандартной нагрузки на лезвие приблизительно 200% (200 Н) для крепирования листа.

2. Определить положение лезвия для стандартной нагрузки на лезвие приблизительно 20% (20 Н) для крепирования листа.

3. Используя положения, определенные на стадиях 1 и 2, определить пять равноудаленных положений крепирующего лезвия, которые охватывают диапазон положений, определенных на стадиях 1 и 2.

4. Методом проб и ошибок и с помощью гравиметрических методов определить продолжительность распыления покрытия, которая обеспечит массу материала во влажном состоянии, нанесенного на сушилку Янки, равную приблизительно 5 г.

5. Используя продолжительность, определенную на стадии 4, распылить композицию для покрытия на нагретую поверхность сушилки Янки, вращая сушилку Янки со скоростью от приблизительно 1 до приблизительно 2 об/с.

6. Подождать в течение приблизительно 3 мин, пока композиция для покрытия высохнет, продолжая вращение сушилки Янки со скоростью от приблизительно 1 до приблизительно 2 об/с.

7. Повторить стадии 5 и 6 приблизительно десять раз с постоянной скоростью вращения сушилки Янки со скоростью от приблизительно 1 до приблизительно 2 об/с. Цель заключалась в нанесении на сушилку Янки толстого слоя отвержденного покрытия.

8. Установить нагрузку передаточной системы таким образом, чтобы она не касалась сушилки Янки.

9. Установить положение крепирующего лезвия на самую низкую из нагрузок, определенных на стадии 3.

10. Расположить емкость вокруг крепирующего лезвия для сбора любого количества покрытия, которое можно соскоблить с сушилки Янки.

11. Увеличить скорость вращения сушилки Янки до требуемой скорости крепирования.

5 12. Быстро переместить крепирующее лезвие в предварительно заданное положение для крепирования, позволяя лезвию соскоблить покрытие с поверхности.

13. Вернуть крепирующее лезвие в положение, в котором оно не соприкасается с сушилкой Янки.

10 14. Вернуть скорость вращения сушилки Янки к значению от приблизительно 1 до приблизительно 2 об/с.

15. Выполнить фотографические снимки материала, соскобленного с поверхности сушилки Янки.

16. Взвесить материал, соскобленный с поверхности сушилки Янки.

15 17. Повторить стадии с 9 по 16 для каждого из положений лезвия, определенных на стадии 3.

Чем больше массы удаляется крепирующим ракелем и собирается со слоя покрытия, тем в большей степени считается поддающимся обработке слой покрытия. Лентообразные характеристики материала, удаляемого со слоя покрытия, указывают, что слой покрытия является более мягким и в большей степени поддается обработке с сохранением большей целостности. Эта характеристика проиллюстрирована на фиг. 6. Дисперсная и гранулярная природа материала, удаляемого со слоя покрытия, указывает на твердый слой покрытия с невысокой целостностью. Эта характеристика проиллюстрирована на

20

25

фиг. 7.

Пример 1

Получение промежуточного соединения полиамидамина

В круглодонную фланцевую колбу объемом 1 л, снабженную якорной мешалкой, термопарой, оборудованием для приема дистиллята и

30

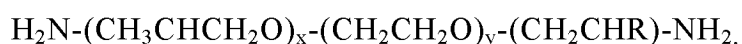
нагревательным кожухом, загружали 440,0 г триэтилентетрамина и 16,3 г диэтилентриамины. Затем в эту смесь полиаминов добавляли 114 г воды. В эту водную смесь полиаминов добавляли 463 г адипиновой кислоты в течение 1 ч. После добавления всего количества адипиновой кислоты реакционную смесь

нагревали до температуры от 169 до 170°C в течение 180 мин. Во время этого периода нагрева выделялась вода, которую собирали с помощью дистилляционного оборудования. После того, как температура реакции достигала 169–170 °С, реакционную смесь «кипятили» при этой температуре в течение 65 мин, собирая перегнанную воду. За это время собирали 88% от теоретического количества перегнанной воды. После окончания кипячения нагрев прекращали и в реакционную смесь добавляли 350 г воды для остановки любой дальнейшей реакции. Затем содержимое фланцевой колбы переносили в 3-литровый стеклянный стакан, куда добавляли 1105 г воды, при этом получали конечный промежуточный полиамидоамин. Затем продукт охлаждали до температуры окружающей среды и переносили в бутылку. Общее содержание твердых веществ в продукте составило 36,1%, а условная удельная вязкость (RSV) составила 0,174 дл/г, определенная с использованием метода, описанного в данном контексте выше.

15 Пример 2

Получение промежуточного полиэфираминоэпихлоргидрина

В круглодонную фланцевую колбу объемом 1 л, снабженную якорной мешалкой, термопарой, конденсатором и нагревательным кожухом, загружали 500 г 75% водного раствора полиэфирамина, где полиэфирамин определяется следующей формулой:



где R означает -CH₃, индекс x равен приблизительно 6, а индекс y равен приблизительно 39.

Температуру водного раствора полиэфирамина повышали до 35°C. Затем в водный раствор полиэфирамина добавляли 41 г эпихлоргидрина, и реакционную смесь нагревали до температуры от 39 до 40°C в течение 15-30 мин. Затем реакционную смесь выдерживали при температуре от 39°C до 40°C в течение 90-105 мин. Затем в реакционную смесь добавляли 335 г воды и 50 мас.% водный раствор гидроксида натрия со скоростью 0,05 мл/мин для поддержания рН реакционной смеси в интервале от 8,0 до 8,5, измеренного при 25°C. Затем реакционную смесь нагревали до температуры от 69 до 70°C в течение 45–60 мин, и температуру реакционной смеси поддерживали в интервале от 69 до 70°C, а вязкость реакционной смеси контролировали с помощью пузырькового

трубчатого вискозиметра фирмы ВКУ-Gardner. Когда вязкость реакционной смеси достигала значения «V» по шкале ВКУ-Gardner, нагревание прекращали, и в реакционную смесь добавляли раствор 2,3 г 96 мас.% серной кислоты и 77 г воды. Затем реакционную смесь разбавляли еще раз при добавлении 1147 г воды, а рН доводили до значения 7,0 при добавлении 96 мас.% серной кислоты. Суммарное содержание твердых веществ в продукте составило 20,0%, а вязкость по Брукфилду продукта при 25°C составила 41 мПа·с по данным вискозиметра DVII+ Pro Brookfield, оснащенного шпинделем LV61 и эксплуатируемого при 60 об/мин.

10 Пример 3

Получение полиамидаминополиэфирамино-эпихлоргидрина

В круглодонную фланцевую колбу объемом 1 л, снабженную якорной мешалкой, термопарой, конденсатором и нагревательным кожухом, загружали 500 г промежуточного полиамидамина, полученного, как указано в примере 1. Затем к промежуточному полиамидамину добавляли 56,5 г воды, и эту смесь нагревали до температуры от 59 до 60°C. Затем к промежуточному полиэфираминоэпихлоргидрину, полученному, как указано в примере 2, добавляли 135,3 г промежуточного полиэфираминоэпихлоргидрина. Температуру реакционной смеси поддерживали в диапазоне от 59°C до 60°C, а вязкость реакционной смеси контролировали с помощью пузырькового трубчатого вискозиметра фирмы ВКУ-Gardner. Через 240 мин вязкость реакционной смеси достигала значения «V» по шкале ВКУ-Gardner. К реакционной смеси добавляли 138,4 г воды, а величина вязкости по шкале ВКУ-Gardner достигала значения «S». Затем реакционную смесь нагревали до температуры от 69 до 70°C. Как только температура реакционной смеси достигла значения от 69°C до 70°C, к реакционной смеси добавляли эпихлоргидрин, а вязкость реакционной смеси контролировали с помощью пузырькового трубчатого вискозиметра фирмы ВКУ-Gardner. Когда вязкость реакционной смеси достигла значения «V» по шкале ВКУ-Gardner, добавляли в общей сложности 1,2 г эпихлоргидрина, прекращали нагревание и добавляли 335 г воды. Затем к смеси добавляли 26,4 г 85 мас.% фосфорной кислоты, а затем 87 г воды, при этом получали конечный продукт. Суммарное содержание твердых веществ в конечном продукте составило 18,0%. Значение рН конечного продукта

составило 8,0, а вязкость по Брукфилду конечного продукта при 25°C составила 225 мПа·с по данным вискозиметра Брукфилда DVII+ Pro, оснащенного шпинделем LV62 и эксплуатируемого при 60 об/мин.

Пример 4

5 Испытание на адгезию при крепировании

Образец бумаги готовили из смеси 70:30 волокон лиственных и хвойных пород древесины и укрепляли во влажном состоянии с помощью добавления полиамидаминоэпихлоргидриновой влагостойкой смолы и карбоксиметилцеллюлозы. Образец характеризовался граматурой
10 приблизительно 68 г/м² и отношением прочности на разрыв во влажном состоянии к прочности на разрыв в сухом состоянии 26%.

Чугунную плиту нагревали до температуры 120°C. Продукт, полученный, как указано в примере 3, смешивали с раствором поливинилового спирта в различных соотношениях, при этом получали 4 мас.% растворы композиции
15 покрытия, содержащие от 100% до 0% продукта Selvol 350, т. е. поливинилового спирта, степень гидролиза которого составляла от 98% до 99% и вязкость 4 мас.% раствора составляла от 62 мПа·с до 72 мПа·с, и от 0% до 100% продукта, полученного, как указано в примере 3, в расчете на сухую массу. Для сравнения, аналогичную серию растворов композиций для покрытия получали при
20 смешивании раствора той же марки поливинилового спирта с клеем для крепирования на основе PAE (полиамидаминоэпихлоргидриновой смолы) Crepetrol 9750, выпускаемым фирмой Solenis LLC, Уилмингтон, Делавэр, США. Затем 1,2 мл 4 мас.% раствора адгезионных композиций, описанных выше, равномерно наносили на поверхность чугунного блока с помощью распылителя
25 (аэрографа). После нанесения и высыхания исследуемого раствора верхний зажим измерительной установки опускает образец бумаги (со скоростью 50 мм/мин) на чугунную плиту до тех пор, пока не будет зарегистрирована сжимающая сила 300 Н. Затем верхний зажим отделяет образец бумаги от поверхности чугунного блока (со скоростью 3000 мм/мин). Силу, необходимую
30 для отделения бумаги от поверхности чугунного блока, делили на площадь поверхности чугунной плиты, при этом получали значение прочности САТ (испытание на адгезию при крепировании). Результаты этого испытания указаны в таблице 1 ниже и проиллюстрированы на фиг. 8.

Таблица 1

Результаты испытаний САТ.

Крепящий адгезив	Содержание крепящего адгезива, %	% PVOH	Прочность САТ (кН/м ²)
Среpetrol 9750	0	100	1
Среpetrol 9750	34	66	3
Среpetrol 9750	60	40	12
Среpetrol 9750	75	25	22
Среpetrol 9750	90	10	48
Пример 3	0	100	1
Пример 3	34	66	2
Пример 3	60	40	10
Пример 3	75	25	24
Пример 3	90	10	43

5 Результаты свидетельствуют о том, что при замене поливинилового спирта на крепящую адгезивную смолу в композиции покрытия увеличивается прочность САТ. Результаты также свидетельствуют о том, что продукт, полученный, как указано в примере 3, обеспечивает такое же увеличение прочности САТ, как и Среpetrol 9750.

Пример 5

10 Испытание на отслаивание

В качестве тканого материала использовали ткань влажной укладки плотностью 50 г/м² (ВО 505), изготовленную из 60% полиэфирульфона (PES), 20% вискозы (CV) и 20% древесной массы, выпускаемую фирмой Freudenberg Performance Materials. Размеры металлической пластины составляли 100 мм на 15 25 мм. Поверхность металлической пластины обезжировали с помощью петролейного эфира. Нетканый материал разрезали на куски размером 250 мм на 25 мм. 100 мм нетканого исследуемого материала погружали в 2 мас.% раствор композиции покрытия, и раствором пропитывали ткань. Более подробно, продукт, полученный как описано в примере 3, смешивали с раствором Selvol 20 350 в различных соотношениях, при этом получали серию 2 мас.% растворов композиции покрытия, содержащих от 100% до 0% поливинилового спирта и от 0% до 100% продукта, полученного, как описано в примере 3, в расчете на сухую массу. Для сравнения получали аналогичную серию растворов при смешивании раствора поливинилового спирта той же квалификации с продуктом Среpetrol

9750. Затем пропитанную часть нетканого материала укладывали и размещали на поверхности металлической пластины. Затем пластину и ткань помещали на горячую плиту с установленной температурой поверхности 145°C. Когда температура поверхности ткани на металлической пластине достигала 145°C, ее рассматривали как сухую. Через 3 мин выдерживания на горячей плите при 145°C 20 мм ткани отслаивали, чтобы обнажить часть металлической пластины. Затем испытание начинали с использованием верхнего зажима, движущегося со скоростью 1000 мм/мин, который отслаивал ткань от поверхности металлической пластины. Результаты этого испытания указаны в таблице 2 ниже и проиллюстрированы на фиг. 9.

Таблица 2

Результаты испытания на отслаивание.

Крепирующий адгезив	Содержание крепирующего адгезива, %	% PVOH	Прочность при отслаивании (Н/м)
Crepetrol 9750	0	100	62
Crepetrol 9750	34	66	87
Crepetrol 9750	60	40	85
Crepetrol 9750	75	25	84
Crepetrol 9750	90	10	115
Пример 3	0	100	62
Пример 3	34	66	115
Пример 3	60	40	135
Пример 3	75	25	250
Пример 3	90	10	215

Результаты свидетельствуют о том, что при замене поливинилового спирта на крепирующую адгезивную смолу в композиции покрытия прочность при отслаивании увеличивается. Результаты также свидетельствуют о том, что продукт, полученный, как описано в примере 3, обеспечивает большее увеличение прочности при отслаивании по сравнению с продуктом Crepetrol 9750.

20 Пример 6

Тестирование с использованием имитатора крепирования

Бумагу, используемую в устройстве для имитации крепирования, получали из смеси волокон лиственных и хвойных пород древесины в соотношении 70:30. Она характеризовалась граммажем приблизительно 18 г/м² и ее разрезали на

куски размером приблизительно 50,8 см (20 дюймов) в длину и приблизительно 7,6 см (3 дюйма) в ширину. Нагреваемая сушилка Янки включала цилиндр диаметром 0,40 м (16 дюймов) и шириной 0,092 м (3,75 дюйма). Корпус цилиндра был изготовлен из чугуна сходной марки по сравнению со стандартным цилиндром Янки, используемым для получения бумажных салфеток и полотенец. Цилиндр нагревали изнутри с помощью радиационных нагревателей с достаточной тепловой мощностью для нагрева внешней поверхности цилиндра до температуры 115°C. В ходе крепирования бумаги цилиндр вращали со скоростью 1400 м/мин.

10 Продукт, полученный, как описано в примере 3, смешивали с раствором поливинилового спирта в различных соотношениях, при этом получали серию 2 мас.% композиций покрытия, содержащих от 100% до 0% продукта Selvol 350 и от 0% до 100% продукта, полученного, как описано в примере 3, в расчете на сухую массу. Для сравнения, аналогичную серию растворов композиций 15 покрытия готовили при смешивании раствора той же марки поливинилового спирта с продуктом Crepetrol 9750. Растворы композиций покрытия применяли для крепирования бумаги с использованием процедуры, описанной выше в данном контексте, и определяли качество крепирования. Результаты этого испытания указаны в таблице 3 ниже и проиллюстрированы на фиг. 10.

20 Таблица 3

Результаты испытания с использованием имитатора крепирования.

Крепящий адгезив	Содержание крепящего адгезива, %	% PVOH	Качество крепирования (%)	Степень крепирования (число/дюйм)
Crepetrol 9750	0	100	40	59
Crepetrol 9750	34	66	49	
Crepetrol 9750	60	40	77	
Crepetrol 9750	75	25	79	76
Crepetrol 9750	90	10		
Пример 3	0	100	40	
Пример 3	34	66	56	
Пример 3	60	40	72	
Пример 3	75	25	81	105
Пример 3	90	10	82	

Результаты свидетельствуют о том, что при замене поливинилового спирта на увеличивающиеся количества крепящей адгезионной смолы в композиции

покрытия качество крепирования бумаги, полученной с использованием имитатора крепирования, увеличивается. Результаты также свидетельствуют о том, что продукт, полученный, как указано в примере 3, обеспечивает такое же увеличение качества крепирования листа, как и продукт Crepetrol 9750.

5 Характеристики крепирования композиции покрытия можно также оценить дополнительно при осмотре листа под микроскопом или с помощью другого устройства для анализа изображений и подсчета количество выступов, образованных в листе на определенную длину. Это называется «степенью крепирования». В таблице 3 и на фиг. 11 указано, что степень крепирования
10 бумаги увеличивается, когда PVOH заменяли на крепящийся адгезив. Полученные результаты также свидетельствуют о том, что при такой же замене PVOH на крепящийся адгезив, продукт, полученный, как указано в примере 3, позволяет получить бумагу с высокой степенью крепирования по сравнению с продуктом Crepetrol 9750. Это означает, что бумага, полученная с
15 использованием продукта, описанного в примере 3, в составе композиции покрытия, будет характеризоваться большей мягкостью.

Пример 7

Испытание на способность поддаваться обработке

20 Продукт, полученный, как указано в примере 3, смешивали с раствором продукта Selvol 350 в различных соотношениях, при этом получали серию 2 мас.% растворов для испытаний композиций покрытия, содержащих от 100% до 0% поливинилового спирта и от 0% до 100% продукта, описанного в примере 3, в расчете на сухую массу. Для сравнения, аналогичную серию растворов получали при смешивании раствора той же квалификации поливинилового
25 спирта с продуктом Crepetrol 9750. Каждый раствор адгезива наносили на поверхность цилиндра Янки на имитирующем крепирование устройстве, а затем соскребали с помощью крепящего лезвия, используя процедуру, описанную выше. Материал, соскребаемый крепящим лезвием, собирали, взвешивали и фотографировали. Результаты приведены в таблице 4 ниже в
30 данном контексте и проиллюстрированы на фиг. 12.

Таблица 4

Результаты испытания на способность поддаваться обработке.

Крепирующий адгезив	Содержание крепирующего адгезива, %	% PVOH	Масса соскребаемого покрытия (г)	Физическая природа
Среpetrol 9750	0	100	0,20	Лента
Среpetrol 9750	34	66	0,18	
Среpetrol 9750	60	40	0,24	
Среpetrol 9750	75	25	0,05	
Среpetrol 9750	90	10	0,02	Пылевая/ в форме частиц
Пример 3	0	100	0,20	Лента
Пример 3	50	50	0,25	
Пример 3	75	25	0,60	
Пример 3	90	10	0,48	Лента

Результаты свидетельствуют о том, что при замене поливинилового спирта на увеличивающиеся количества продукта Среpetrol 9750 в адгезионной композиции ее становится все труднее удалять с поверхности сушильного цилиндра Янки с помощью крепирующего лезвия. Было установлено, что материал, который удаляли крепирующим лезвием, характеризовался более твердой и пылевой природой. Это означает, что покрытие становится все более твердым по своей природе, поскольку в составе покрытия используют большие количества продукта Среpetrol 9750. При замене поливинилового спирта на увеличивающиеся количества продукта, полученного, как указано в примере 3, в композиции покрытия его становится легче удалять с поверхности сушильного цилиндра Янки с помощью крепирующего лезвия. Материал, который удаляли крепирующим лезвием, характеризовался «лентовидной» природой, характеристикой, которая считается предпочтительной производителями бумажных салфеток и полотенец. Это означает, что покрытие становится все более мягким по своей природе, поскольку в составе покрытия используется большие количества продукта, описанного в примере 3.

Соответственно, в настоящем изобретении предлагаются улучшенные композиции покрытий для применения в операциях с использованием сушилки

Янки. Улучшенные композиции покрытий при необходимости обеспечивают достаточный адгезионный эффект для волокнистого полотна, так что после удаления из сушилки полученный бумажный продукт проявляет требуемые физические свойства текстуры поверхности, прочности на разрыв и объема.

5 Кроме того, улучшенные композиции покрытий предпочтительно не характеризуются тенденцией становиться относительно тверже в течение времени для предотвращения износа крепирующего лезвия и/или ухудшения вышеупомянутых требуемых физических свойств.

10 Хотя в вышеприведенном подробном описании предмета изобретения представлен по крайней мере один типичный вариант осуществления, следует понимать, что существует огромное количество вариаций. Следует также понимать, что типичный вариант осуществления или типичные варианты осуществления представлены только в качестве примеров и не предназначены для ограничения объема, применимости или конфигурации предмета
15 изобретения каким-либо образом. Скорее, вышеприведенное подробное описание предоставит специалистам в данной области техники удобную последовательность операций для осуществления типичного варианта предмета изобретения. Следует понимать, что можно изменять функцию и расположение элементов, описанных в типичном варианте осуществления, не выходя за
20 пределы предмета изобретения, как изложено в прилагаемых пунктах формулы изобретения.

ПЕРВОНАЧАЛЬНАЯ ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения адгезионной смолы для применения в композиции покрытия в процессе получения крепированной бумаги, включающий следующие стадии:

а. взаимодействие поликарбоновой кислоты или производного поликарбоновой кислоты с полиамином, при этом получают промежуточный полиамидоамин, где молярное отношение полиамина к поликарбоновой кислоте или производному карбоновой кислоты составляет от приблизительно 0,9:1 до приблизительно 1,6:1,

б. взаимодействие полиэфирамина с эпигалогенгидрином, при этом получают промежуточный полиэфираминоэпигалогенгидрин, при этом молярное отношение полиэфирамина к эпигалогенгидрину составляет от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 4,0:1,

в. взаимодействие промежуточного полиамидоамина с промежуточным полиэфираминоэпигалогенгидрином, при этом получают полиамидоамино-полиэфираминоэпигалогенгидриновую смолу, характеризующуюся отношением промежуточного полиэфираминоэпигалогенгидрина к полиамидоамину от приблизительно 0,07:1 до приблизительно 0,62:1 в расчете на сухую массу,

г. необязательно взаимодействие полиамидоаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы с бифункциональным сшивающим агентом, где массовое отношение бифункционального сшивающего агента к полиамидоаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смоле в расчете на сухую массу составляет от приблизительно 0,005:1 до приблизительно 0,2:1 и

д. необязательное доведение рН полиамидоаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновой смолы до значения от приблизительно 2,0 до приблизительно 9,0.

2. Способ по п. 1, где поликарбоновая кислота выбрана из щавелевой кислоты, малоновой кислоты, янтарной кислоты, глутаровой кислоты, глутаминовой кислоты, адипиновой кислоты, пимелиновой кислоты, субериновой кислоты, азелаиновой кислоты, себаценовой кислоты, малеиновой кислоты, фумаровой кислоты, терефталевой кислоты, лимонной кислоты,

нитрилотриуксусной кислоты, этилендиаминтетрауксусной кислоты или смесей двух или более из них.

3. Способ по п. 1, где поликарбоновая кислота представляет собой
5 адипиновую кислоту.

4. Способ по п. 1, где производное поликарбоновой кислоты выбрано из
диметилмалоната, диэтилмалоната, диметилсукцината, диметилглутарата,
диэтилглутарата, диметилглутамата, диэтилглутамата, диметиладипата,
10 диэтиладипата, диметилтерефталата, янтарного ангидрида, малеинового
ангидрида, глутарилхлорида, адипоилхлорида или смесей двух или более из них.

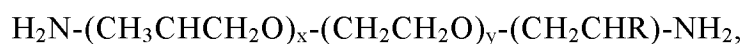
5. Способ по п. 1, где полиамин выбран из полиалкиленполиаминов,
полиэтиленполиаминов, полипропиленполиаминов, полибутиленполиаминов,
15 полипентилениполиаминов, полигексилениполиаминов или смесей двух или более
из них.

6. Способ по п. 1, где указанный полиамин выбран из этилендиамина,
гексаметилендиамина, диэтилентриамина, триэтилентетрамина,
20 тетраэтиленпентамина, дипропилентриамина, бис-гексаметилентриамина, N-
метилбис(аминопропил)амина, аминоэтилпиперазина, бис-
аминоэтилпиперазина, пиперазинэтилэтилендиамина, трис(2-аминоэтил)амина
или смесей двух или более из них.

7. Способ по п. 6, где полиамин включает смесь диэтилентриамина и
25 триэтилентетрамина.

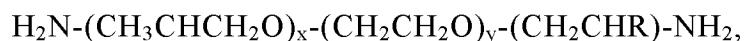
8. Способ по п. 1, где полиэфирамин содержит от 1 до 3 первичных
30 аминогрупп.

9. Способ по любому из пунктов 1-8, где полиэфирамин содержит 2
первичные аминогруппы и характеризуется формулой:



где индекс x равен от 0 до приблизительно 40, индекс y равен от приблизительно 0 до приблизительно 40 и R означает либо H, либо CH₃.

10. Способ по любому из пунктов 1-8, где полиэфирамин содержит 2
5 первичные аминогруппы и характеризуется формулой:



где индекс x равен 6, индекс y равен приблизительно 39 и R означает CH₃.

11. Способ по любому из пунктов 1-8, где дифункциональный сшивающий
10 агент выбран из эпифторгидрина, эпихлоргидрина, эпибромгидрина, эпиюодгидрина, диглицидилового эфира этиленгликоля, диглицидилового эфира 1,4-бутандиола, глицидилмезилата, глицидилтозилата или смесей двух или более из них.

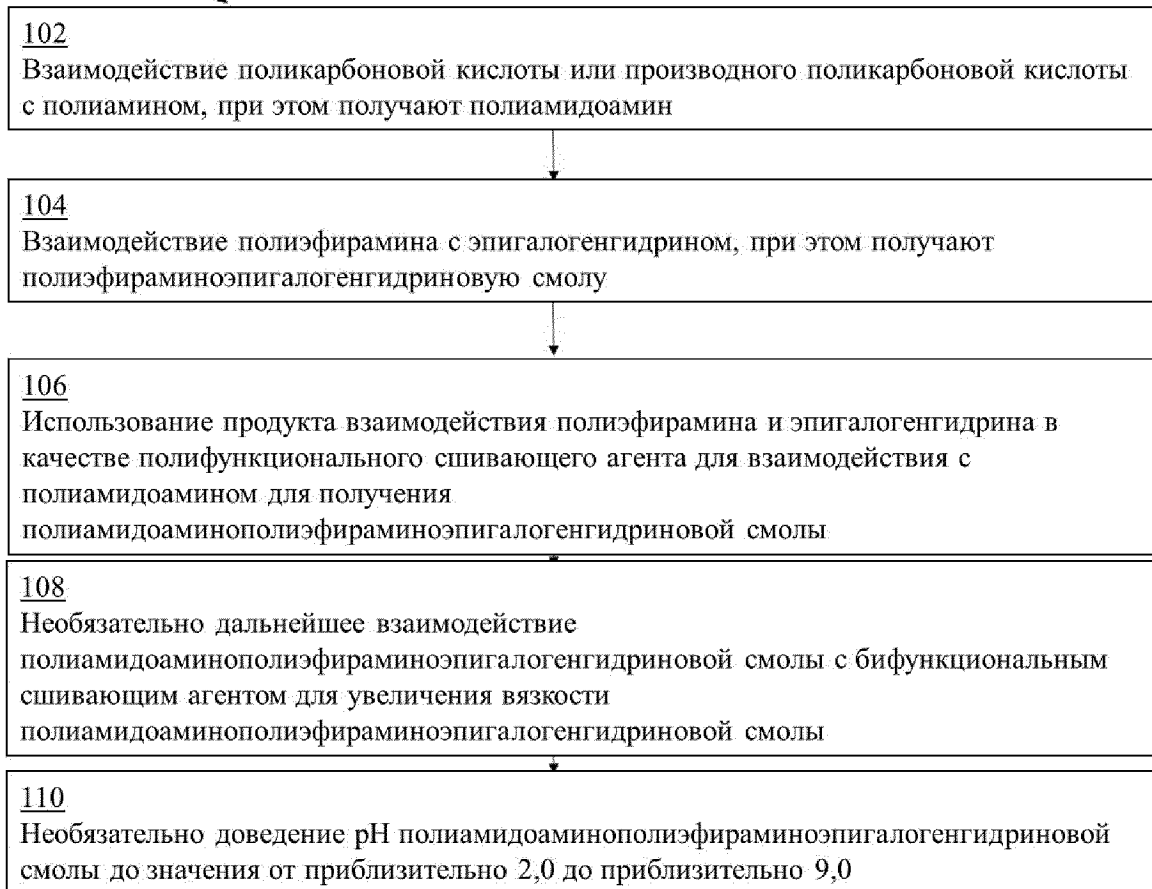
12. Способ по любому из пунктов 1-8, где кислота выбрана из серной
15 кислоты, фосфорной кислоты, фосфористой кислоты, фосфиновой кислоты, азотной кислоты, азотистой кислоты, соляной кислоты, бромистоводородной кислоты, йодистоводородной кислоты, муравьиной кислоты, уксусной кислоты, пропионовой кислоты, масляной кислоты, лимонной кислоты, бензойной
20 кислоты или смесей двух или более из них.

13. Полиамидаминополиэфирамино-эпигалогенгидриновая смола по п. 1.

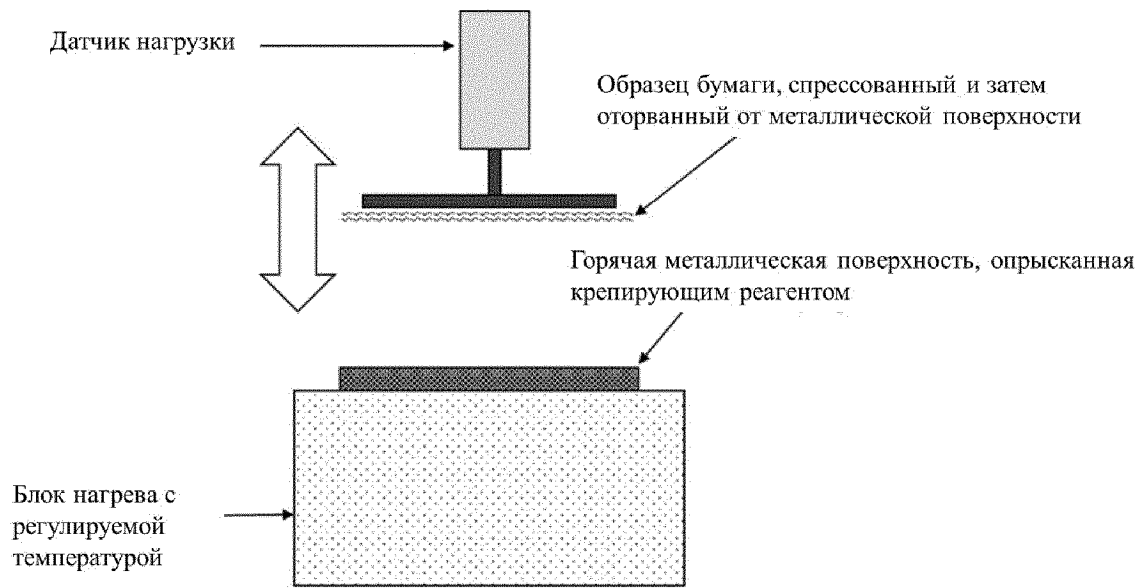
14. Композиция покрытия, включающая полиамидаминополиэфирамино-
25 эпигалогенгидриновую смолу по п. 1.

15. Композиция покрытия по п. 14, дополнительно включающая поливиниловый спирт.

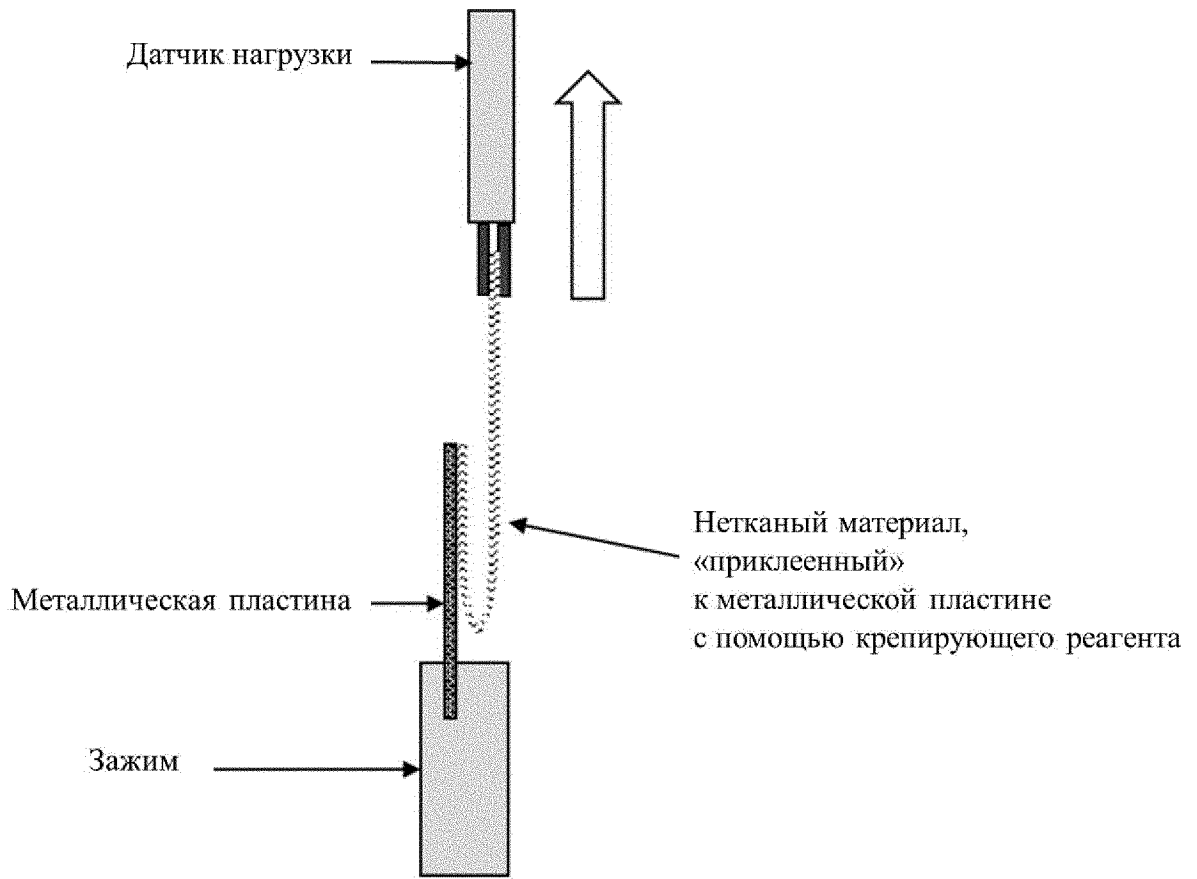
100



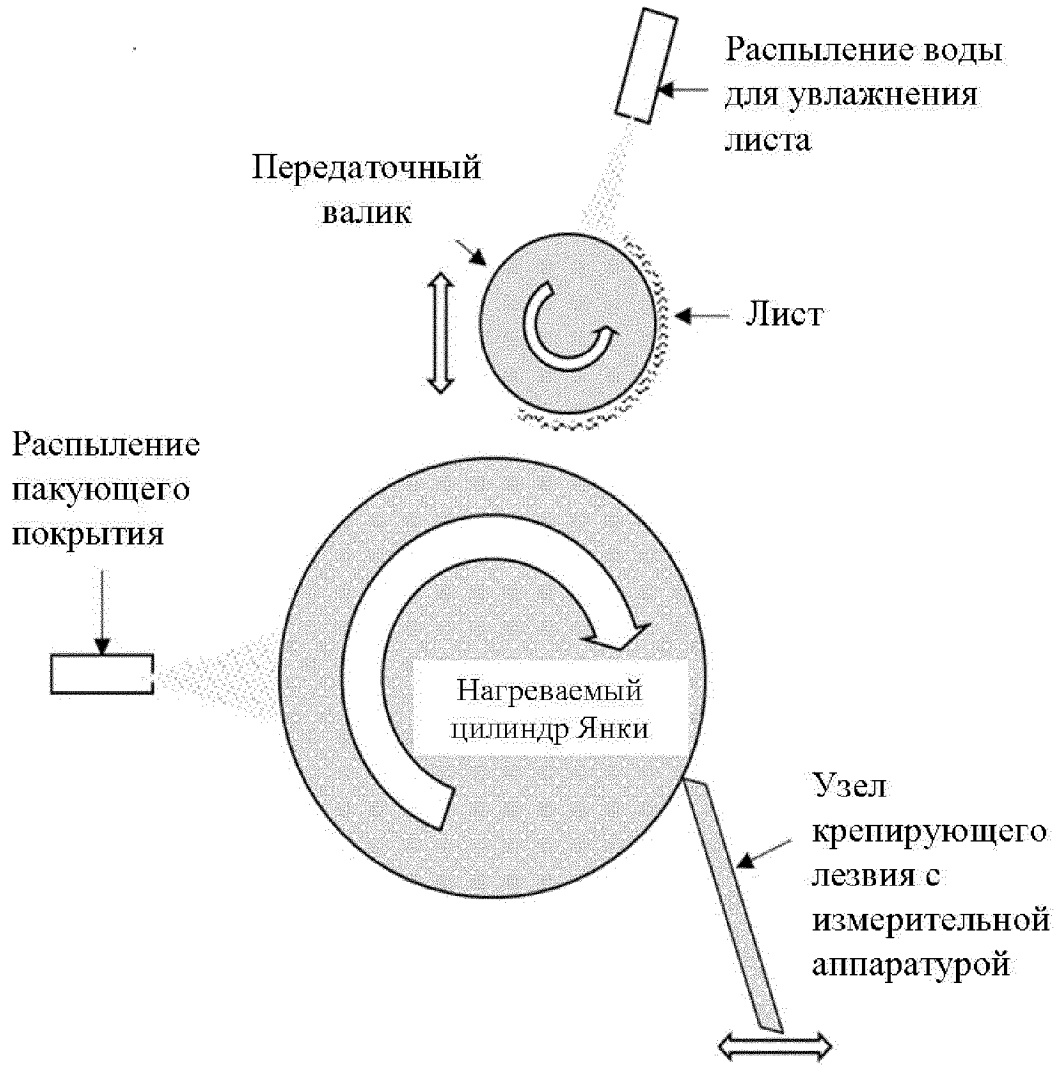
Фигура 1.



Фигура 2.

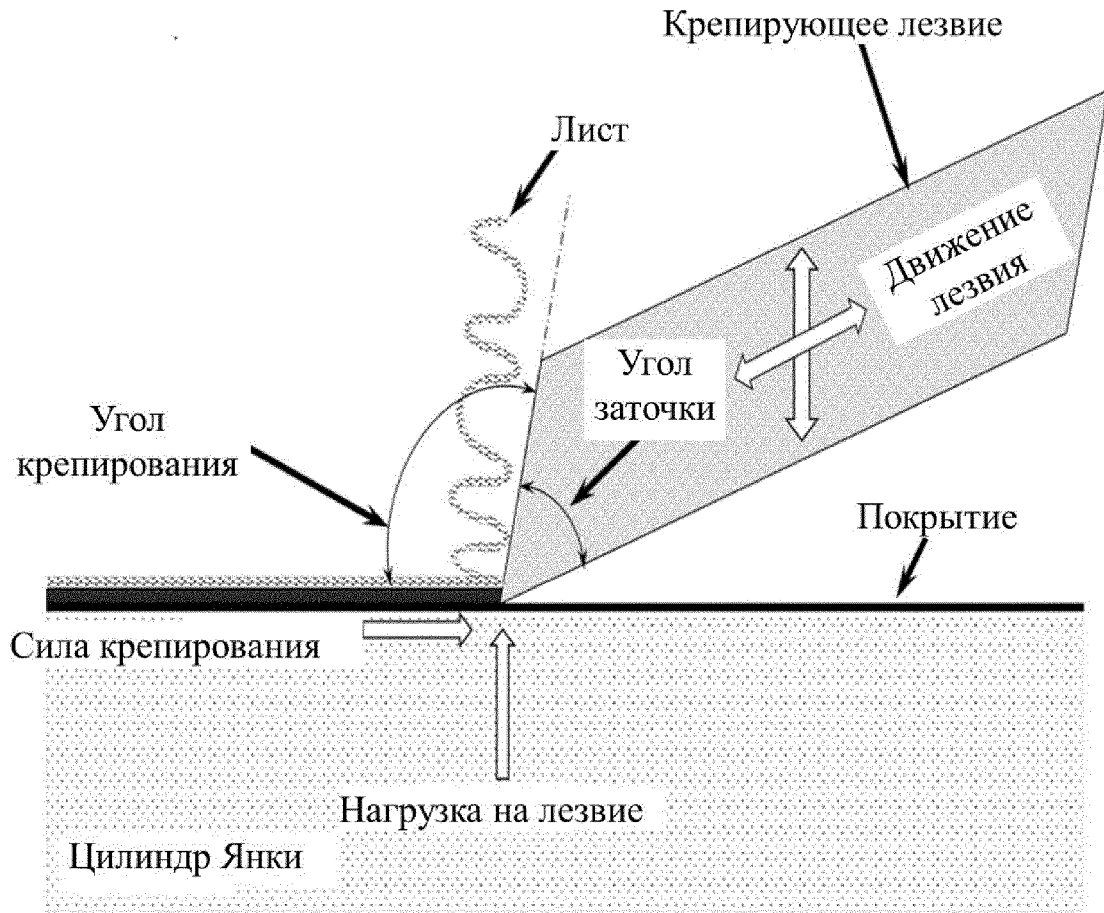


Фигура 3.



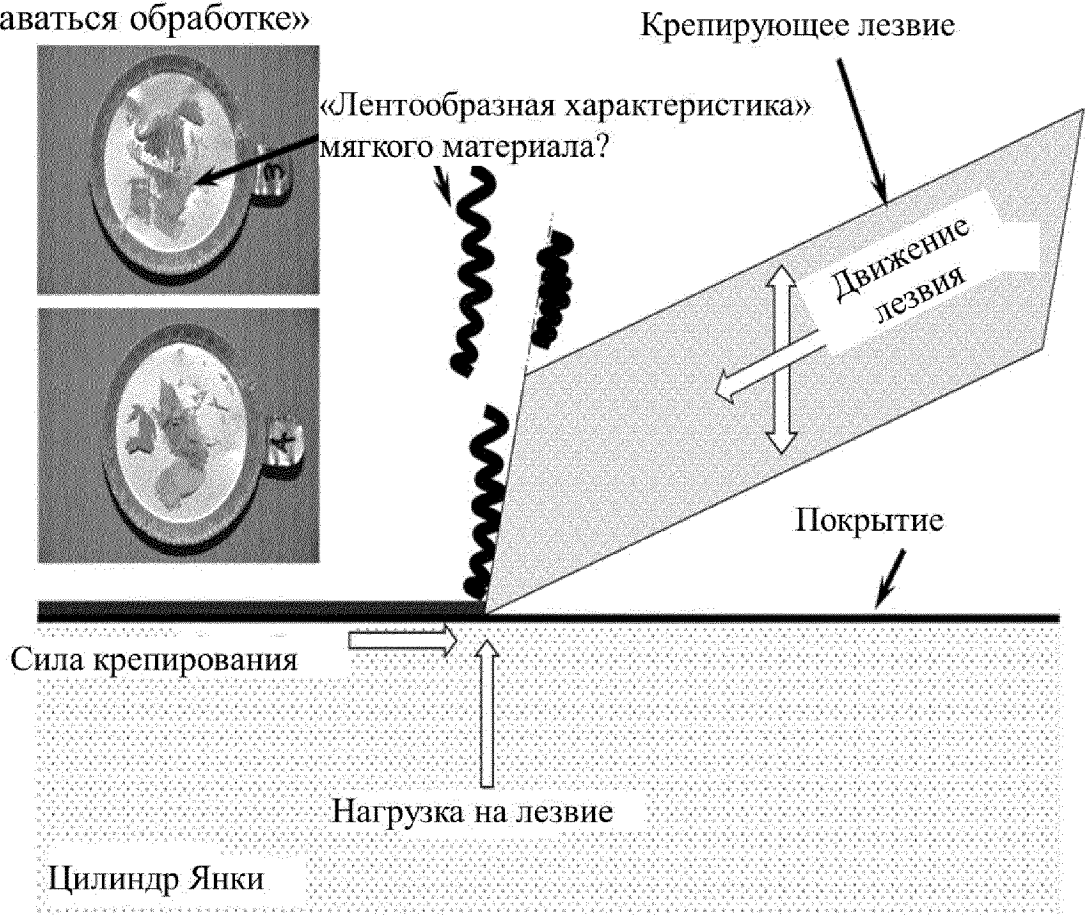
Фигура 4.

Процесс крепирования - схема



Фигура 5.

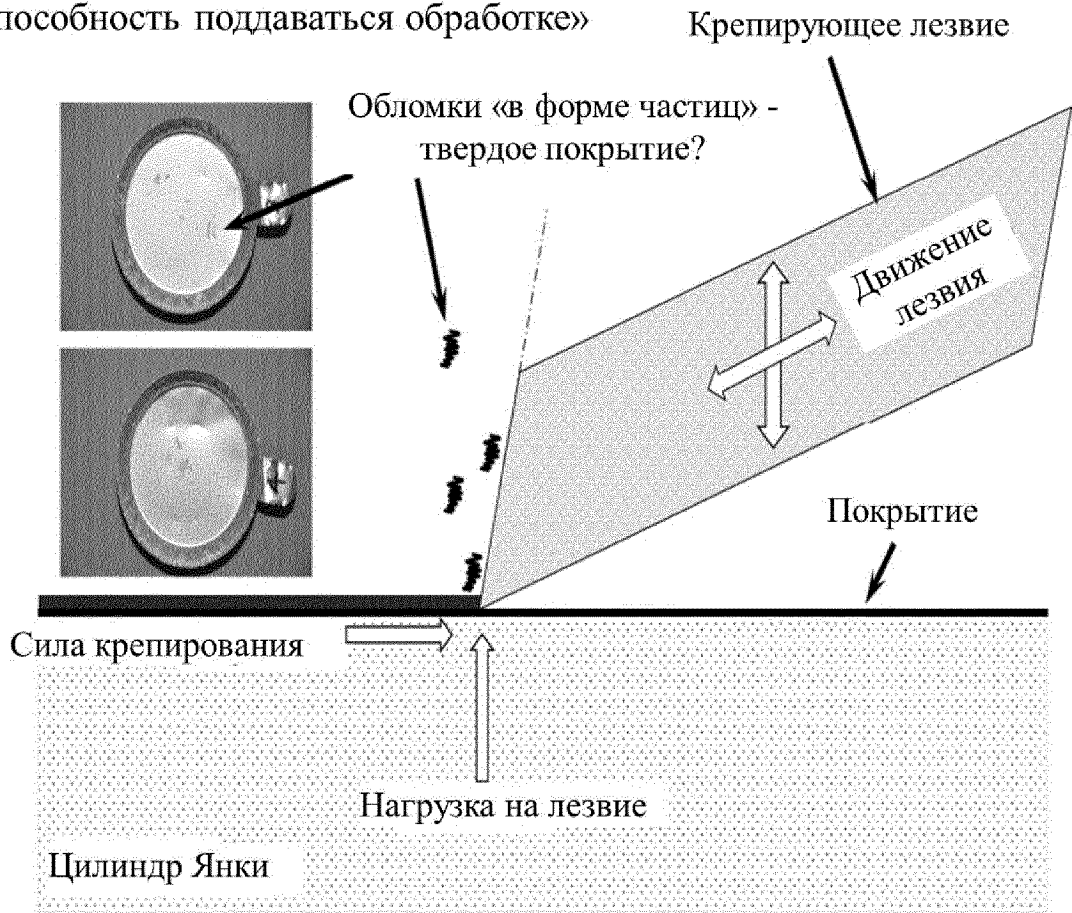
Процесс крепирования – «способность поддаваться обработке»



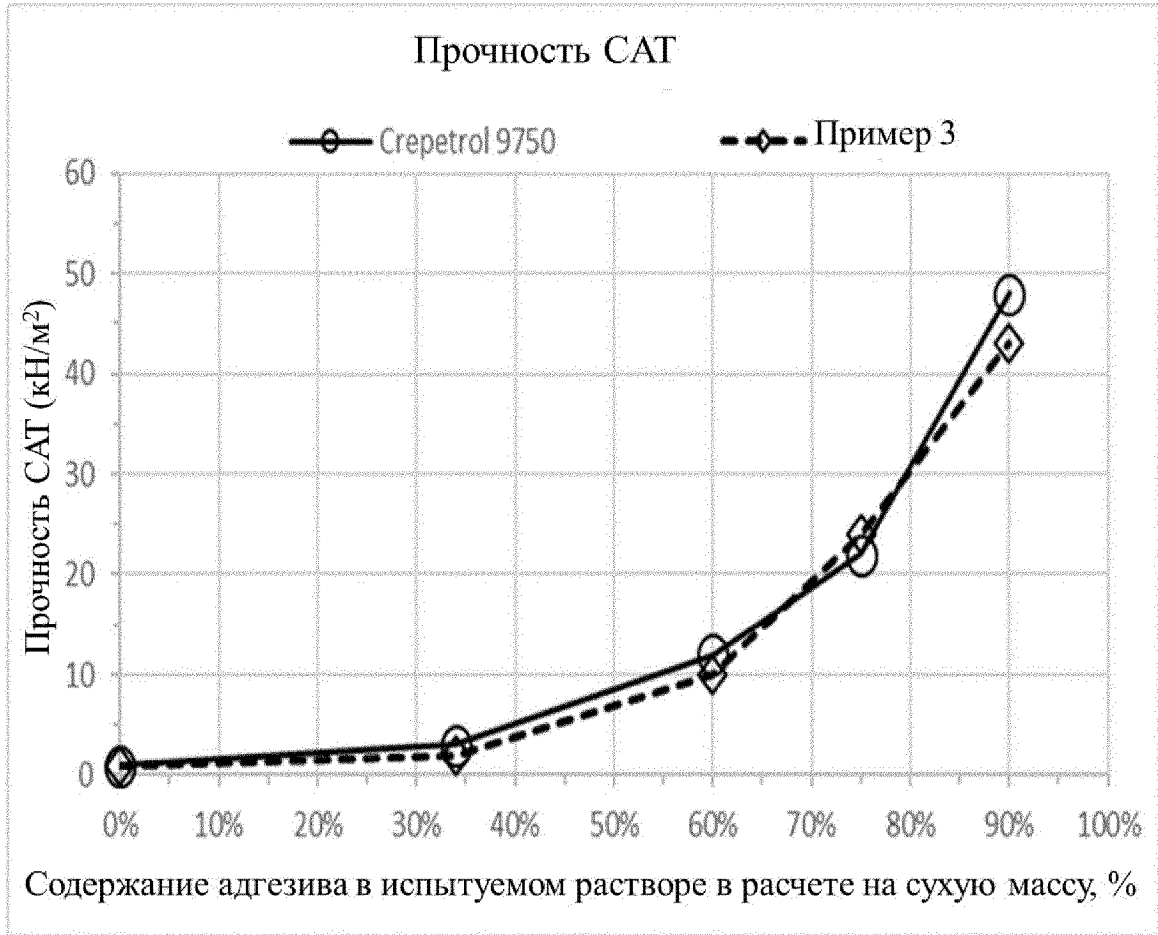
Фигура 6.

Процесс крепирования –

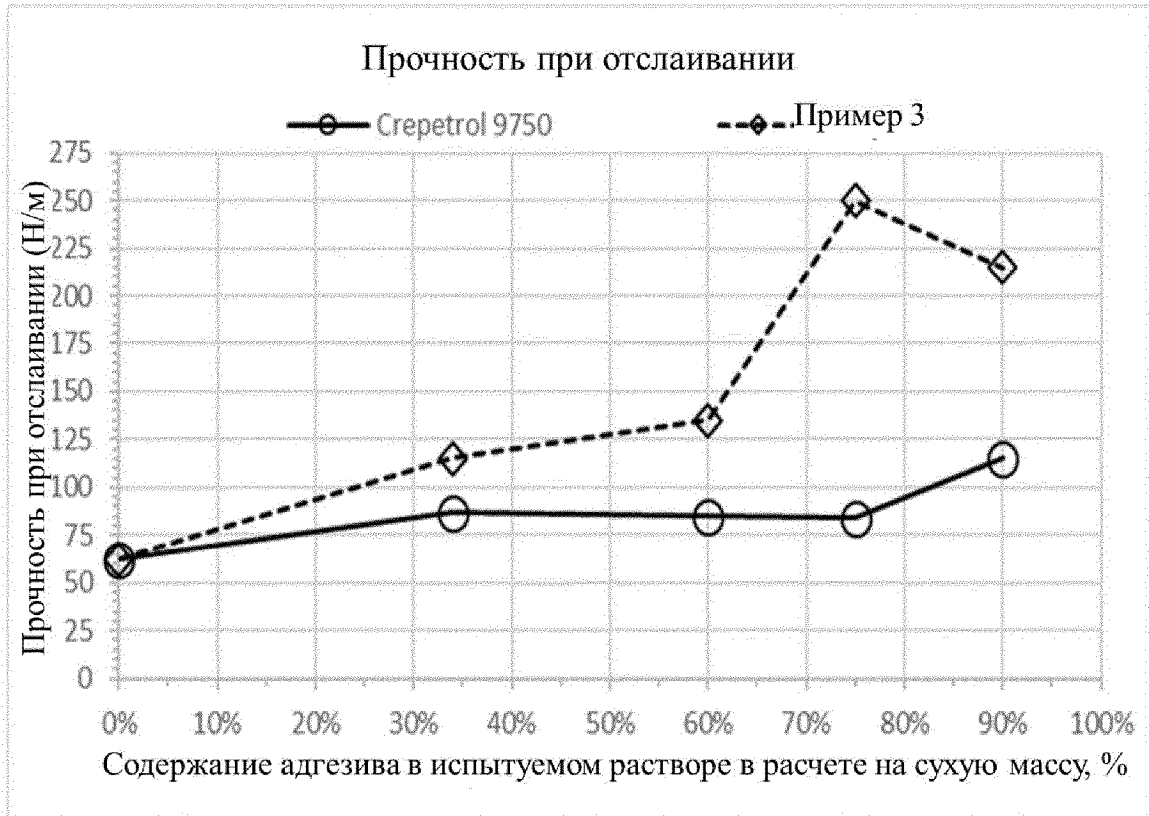
«способность поддаваться обработке»



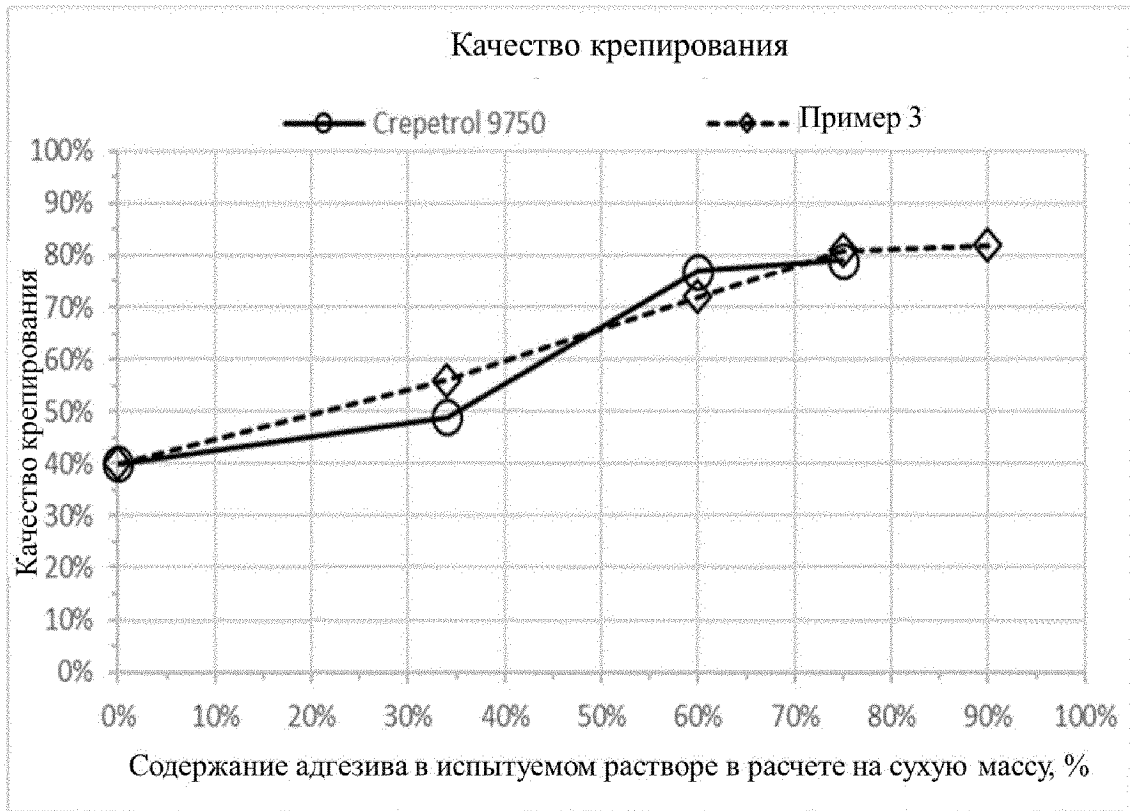
Фигура 7.



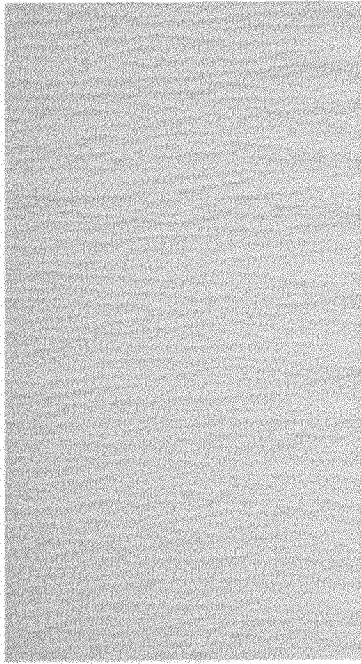
Фигура 8.



Фигура 9.

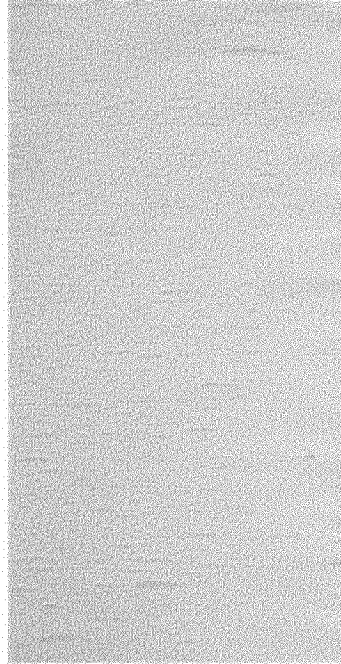


Фигура 10.



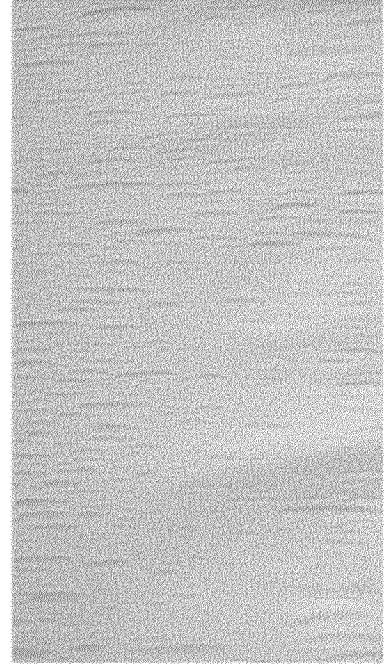
Только 100% PVON

Степень крепирования
(количество
выступов/дюйм): 59



25% PVON
75% композиции из примера 3

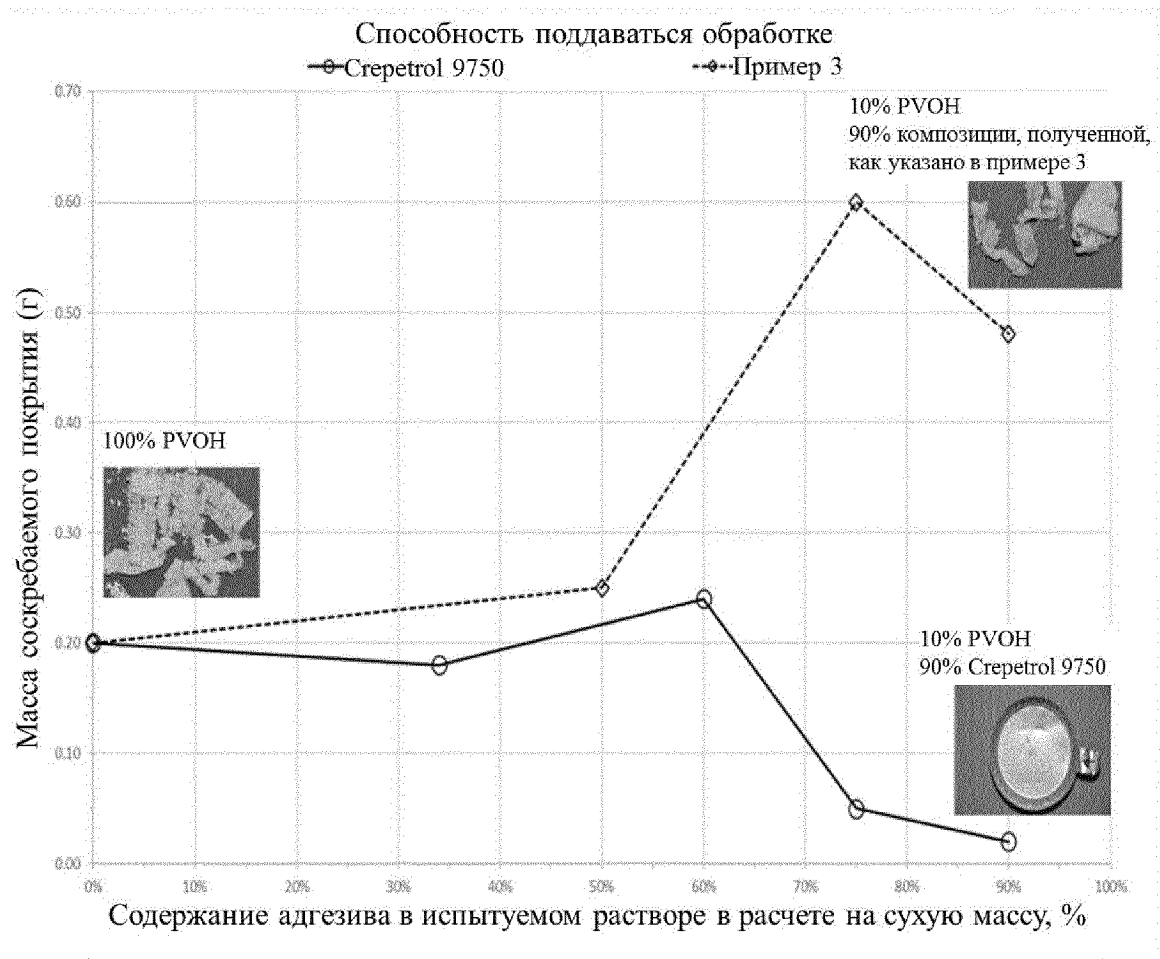
Степень крепирования
(количество
выступов/дюйм): 105



25% PVON
75% Strepitol 9750

Степень крепирования
(количество
выступов/дюйм): 76

Фигура 11.



Фигура 12.