

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

(11) PI 0515776-5 B1



* B R P I D 5 1 5 7 7 6 B 1 *

(22) Data do Depósito: 13/12/2005

(45) Data de Concessão: 19/04/2016

(RPI 2363)

(54) Título: COMPOSIÇÃO DE FIBRA CELULÓSICA E MÉTODOS PARA PREPARAR A REFERIDA COMPOSIÇÃO E MELHORAR DRENAGEM E RETENÇÃO DE SÓLIDOS NA REFERIDA COMPOSIÇÃO

(51) Int.Cl.: D21H 21/10; D21H 17/42

(30) Prioridade Unionista: 14/12/2004 US 60/636,448

(73) Titular(es): SOLENIS TECHNOLOGIES CAYMAN, L.P.

(72) Inventor(es): JOHN C. HARRINGTON, MARTHA G. HOLLOMON

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "COMPOSIÇÃO DE FIBRA CELULÓSICA E MÉTODOS PARA PREPARAR A REFERIDA COMPOSIÇÃO E MELHORAR DRENAGEM E RETENÇÃO DE SÓLIDOS NA REFERIDA COMPOSIÇÃO".

5 REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDOS RELACIONADOS

Esse pedido reivindica o benefício de Pedido Provisório U.S. N° 60/636.448, depositado em 14 de dezembro de 2004, o conteúdos completo dos quais está aqui incorporado por referência.

CAMPO DA INVENÇÃO

10 A presente invenção refere-se em geral a composições de fibras celulósicas e particularmente a auxiliares poliméricos de retenção e drenagem.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

15 Fazer lâminas de fibra celulósica, particularmente papel e pape-
lão, inclui produzir uma pasta fluida aquosa de fibra celulósica, depositar essa
pasta fluida sobre uma tela ou estrutura móvel de fabricar papel e formar uma
lâmina a partir dos componentes sólidos da pasta fluida pela drenagem de
água. A pasta fluida também pode conter expansores minerais inorgânicos ou
pigmentos. Da mesma maneira, químicos orgânicos e inorgânicos são fre-
quentemente adicionados a pasta fluida antes da etapa de formação da lâmi-
na para tornar o método de produção de papel menos caro, mais rápido e/ou
para se atingir propriedades específicas no produto final de papel. Após a
drenagem, a lâmina é prensada e secada para remover o excesso de água.

20 A indústria do papel empenha-se continuamente para melhorar a
qualidade do papel, aumentar a produtividade e reduzir os custos de produ-
ção. Químicos são freqüentemente adicionados a pasta fluida fibrosa antes
dela alcançar a tela ou estrutura de fabricar papel, para melhorar o método
de drenagem/remoção de água e retenção de sólidos. Tais químicos são
30 chamados de auxiliares de retenção e/ou drenagem. Drenagem ou remoção
de água de pasta fluida fibrosa na tela ou estrutura de fabricar papel é ge-
ralmente uma etapa limitante na obtenção de métodos mais rápidos. A dre-
nagem melhorada também pode resultar em uma lâmina seca na prensa e
seções de secagem, assim requerendo menos energia. Também, esse está-

gio no método de fabricar papel determina muitas das propriedades finais do papel.

Em relação a retenção de sólidos, auxiliares de retenção na fabricação de papel são usados para aumentar a retenção de sólidos finos fornecidos na trama durante o método turbulento de drenagem e formação da trama de papel. Sem retenção adequada dos sólidos finos, eles são tanto perdidos para o efluente do método quanto acumulados em níveis elevados na alça de recirculação de água branca, potencialmente causando a formação de depósito. Adicionalmente, a retenção insuficiente aumenta os custos do fabricante de papel devido a perda de aditivos que se pretendia que fossem adsorvidos sobre a fibra para fornecer a respectiva opacidade, resistência ou propriedade de engomação do papel.

É desejável se desenvolver novos auxiliares de retenção e drenagem. A presente invenção está direcionada para eles, assim como outras finalidades importantes.

BREVE SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em uma modalidade, a presente invenção inclui polímeros compatíveis com água (solúveis em água ou dispersíveis na água) compreendendo um segmento de polímero formado por pelo menos um monômero etilenicamente insaturado (A) substituído por pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O_p)R_1$, em que p é 0 ou 1, R_1 é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila, arila, ou um cátion e o polímero tem um peso molecular médio de cerca de 5 milhões ou mais. Preferivelmente, tais polímeros são aniónicos.

Tais polímeros compatíveis com a água fornecem uma atividade de retenção e drenagem acentuadas em composições de fibra de celulose.

Em outra modalidade, a presente invenção inclui tais polímeros compatíveis com a água e fibra de celulose.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

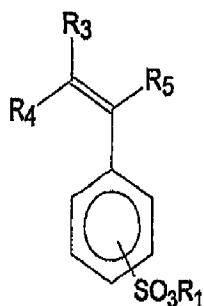
Em uma modalidade, a presente invenção inclui um polímero compatível com a água, que compreende um segmento de polímero formado pelo menos por um monômero etilenicamente insaturado (A) substituído por

- pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$, em que p é 0 ou 1, R_1 é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila, arila, ou um cátion e o polímero tem um peso molecular médio de cerca de 5 milhões ou mais. Em algumas modalidades preferidas,
- 5 o polímero compatível com água é aniónico. Exemplos de cátions aceitáveis incluem Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , ou alquila- NH_3^+ , mas preferivelmente o cátion é sódio ou amônio.

Entende-se que a necessidade de que A seja substituído por pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$ não pretende implicar que a porção etileno deve ser diretamente substituída por ambas as porções arila e $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$ (veja, por exemplo, Fórmula IA abaixo). Tal arranjo é uma parte da presente invenção, entretanto também é pretendido que A esteja incluído nas modalidades onde a arila está acoplada a porção etileno e a porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$ está acoplada aa arila (veja, por exemplo, Fórmula I abaixo). Da mesma maneira, a necessidade da presença de um grupo arila pode ser satisfeita pelas modalidades onde R_1 é arila (veja, por exemplo, Fórmula IB abaixo).

Exemplos de monômero A incluem, mas não são limitados aos ácidos livres ou sais de: ácido estirenossulfônico, ácido viniltoluenossulfônico, ácido α -metila estirenossulfônico, ácido anetolessulfônico, ácido vinylfensulfúrico, 4-sulfonato N -benzil acrilamida, 4-sulfonato N-fenila acrilamida, ácido vinilpirenosulfônico, ácido vinilantracenossulfônico ou sulfonato de vinylpiridinopropano, ácido 2-acrilamido-2-metila-propanossulfônico (AMPS) ou ácido vinil sulfônico e misturas desses.

Em uma modalidade preferida, o monômero A é um ácido livre ou sal dos compostos acima mencionados. Em uma modalidade adicional, A tem a Fórmula I:



em que:

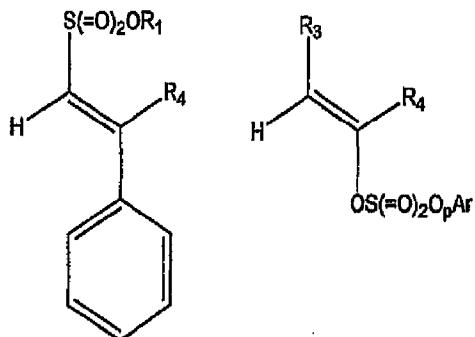
R_1 é um cátion tal como Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , ou $R_5NH_3^+$; e

R_3 , R_4 e R_5 são, independentemente, H ou alquila. Na fórmula I,

5 os grupos $-SO_3R_1$ podem estar na posição orto, meta ou para.

Em algumas modalidades, o monômero A compreende um sal de ácido estirenossulfônico. Preferivelmente, o sal é sal de sódio ou amônio.

Alternativamente, em uma modalidade adicional, A tem a Fórmula IA ou IB:



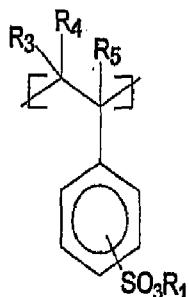
10 em que:

R_1 é um cátion tal como Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , ou $R_5NH_3^+$; e

R_3 , e R_4 são, independentemente, H ou alquila e Ar é arila.

Pode ser prontamente apreciado que os polímeros da presente invenção podem ser homopolímeros, isto é, totalmente compreendidos de 15 segmentos de polímeros formados a partir de monômero A etenicamente insaturado. Um homopolímero preferido inclui segmentos poliméricos que

tem a Fórmula II:



II

em que:

R_1 é um cátion tal como Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , ou $R_5NH_3^+$; e

R_3 , R_4 e R_5 são, independentemente, H ou alquila. Na fórmula II,

- 5 os grupos $-SO_3R_1$ podem estar na posição orto, meta ou para.

Em algumas modalidades preferidas, R_1 é Na^+ . Em outra modalidade, a presente invenção abrange copolímeros que incluem segmentos poliméricos de monômeros A diferentes, como aqui descrito.

- Em outra modalidade, a presente invenção também abrange copolímeros que incluem segmentos poliméricos de monômero A e um segmento polimérico formado a partir de pelo menos um monômero (B) não-iônico ou aniónico etilenicamente insaturado. Entende-se que o termo copolímero não pretende ser limitante e inclui todas as seqüências monoméricas possíveis envolvendo A e B, incluindo seqüências aleatórias, em bloco ou alternadas.

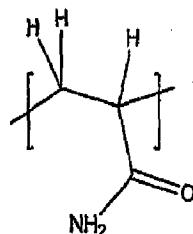
Exemplos de monômero B incluem, mas não são limitados a acrilamida, metacrilamida, *N*-alquilacrilamida, *N*-metilacrilamida, *N,N*-dialquil acrilamida, *N,N*-dimetilacrilamida, acrilonitrila, *N*-vinil metilacetamida, *N*-vinil formamida, *N*-vinil metila formamida, *N*-vinil pirrolidona, estireno, acetato de butadienovinila, acrilato de metila, metacrilato de metila, acrilato de alquila, metacrilato de alquila, alquila acrilamida, alquila metacrilamida, acrilato alcóxilado, metacrilato, acrilato de alquila polietilenoglicol, metacrilato de alquila polietilenoglicol; o ácido livre do sal de: ácido (met)acrílico, ácido maléico, ácido fumárico, ácido itacônico, ácido acrilamidoglicólico ou misturas dos

mesmos. Embora qualquer monômero aniónico ou não-iônico que permita que o polímero permaneça compatível com a água seja contemplado, preferivelmente, o monômero B é acrilamida, ácido acrílico ou um sal de ácido acrílico. Exemplos de sais aceitáveis incluem aqueles que tem Na^+ , K^+ , Li^+ ,

- 5 NH_4^+ , ou R_5NH_3^+ mas preferivelmente o sal é um sal de sódio ou amônio.

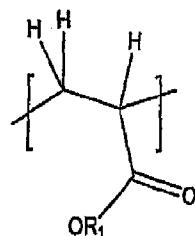
Em uma modalidade, a proporção molar de A:B é de cerca de 5:95 a cerca de 100:0. Em outra modalidade, a proporção molar de A:B está entre cerca de 20:80 a cerca de 100:0. Em outra modalidade, a proporção molar de A:B está entre cerca de 30:70 a cerca de 100:0.

- 10 Uma modalidade preferida inclui copolímeros onde o monômero A compreende um sal de sódio ou amônio de ácido estirenossulfônico e um monômero B é acrilamida. Um polímero preferido de tais modalidades inclui segmentos poliméricos que tem a Fórmula II e Fórmula III, respectivamente:



Fórmula III

- Em algumas modalidades preferidas, R_1 é Na^+ . Outra modalidade preferida inclui copolímeros onde o monômero A compreende um sal de sódio ou amônio de ácido estirenossulfônico e o monômero B é um sal de ácido acrílico. Um polímero preferido de tais modalidades inclui segmentos poliméricos que tem a Fórmula II e Fórmula IV, respectivamente:



Fórmula IV

em que R_1 é um cátion tal como Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , ou R_5NH_3^+

- 20 Em uma modalidade preferida R_1 é Na^+ . Em outra modalidade

da presente invenção, a composição de fibra celulósica é fornecida compreendendo fibra de celulose e um ou mais de qualquer um dos polímeros acima descritos. Em algumas modalidades, a fibra de celulose compreende uma pasta fluida de polpa, em outras modalidades, a fibra de celulose compreende papel ou papelão. As composições de fibra de celulose são tipicamente massas aquosas, e assim, nessas modalidades, as composições de fibra celulósica ainda compreendem água. Opcionalmente, a composição de fibra de celulose pode ainda compreender pelo menos um dos expansores minerais inorgânicos, pigmentos, agentes de engomação, amidos, agentes de controle de depósito, iluminadores ópticos, agentes de resistência, coagulantes orgânicos ou inorgânicos e floculantes convencionais.

Em outra modalidade da presente invenção, um método para preparar uma composição de fibra de celulose é fornecida, o método compreendendo adicionar um ou mais de qualquer um dos polímeros acima descritos a uma pasta fluida aquosa de fibra de celulose.

Em outra modalidade da presente invenção, um método para melhorar a drenagem e a retenção de sólidos em uma composição de fibra de celulose é fornecido, o método compreendendo adicionar um ou mais de qualquer um dos polímeros acima descritos a composição de fibra de celulose.

Como usado aqui, o termo "alquila" inclui ambos os grupos de hidrocarbonetos alifáticos saturados de cadeia linear e ramificada que tem um número especificado de átomos de carbono, por exemplo metila (Me), etila (Et), propila (Pr), isopropila (i-Pr), isobutila (i-Bu), secbutila (s-Bu), tert-butila (t-Bu), isopentila, isohexila e semelhantes. Quando qualquer dos substituintes acima mencionados representa ou contém um grupo substituinte alquila, esse pode ser linear ou ramificado e pode conter até 12 átomos de carbono, preferivelmente até 6 átomos de carbono, mais preferivelmente 1 ou 2 átomos de carbono.

O termo "arila" significa uma porção aromática carbocíclica de até 20 átomos de carbono, que pode ter um único anel (monocíclico) ou múltiplos anéis (policíclico, até três anéis) fundidos juntos ou ligados covalente-

mente. Qualquer posição adequada do anel da porção arila pode ser covalentemente ligada a estrutura química definida. Exemplos de porções arila incluem, mas não são limitados a grupos químicos tais como fenila, 1-naftila, 2-naftila, diidronaftila, tetraidronaftila, bifenila, pirenila, antrila, fenantrila, fluorenila, indanila, bifenilenila, acenaftenila, acenaftilenila e semelhantes.

5 Entende-se que as reivindicações abrangem todos os estereoisômeros, tautomeros, sais, e proformas possíveis. Além disso, a menos que estabelecido de outra maneira, cada alquila e arila é contemplada como sendo opcionalmente substituída.

10 Uma porção opcionalmente substituída pode ser substituída por um ou mais substituintes. Os grupos substituintes que estão opcionalmente presentes podem ser um ou mais daqueles rotineiramente empregados. Exemplos específicos de tais substituintes incluem halogênio, nitro, ciano, tiocianato, cianato, hidroxila, alquila, haloalquila, alcóxi, haloalcóxi, amino, alquilamino, dialquilamino, formila, aloxicarbonila, carboxila, alcanoíla, alquitío, alquilsulfinila, alquilsulfonila, carbamoíla, alquilamido, fenila, fenóxi, benzila, benzilóxi, grupos heterociclica ou cicloalquila, preferivelmente átomos de halogênio ou alquila inferior ou grupos alcóxi inferiores. Tipicamente, 0-4 substituintes podem estar presentes.

15 20 Os polímeros (ambos os homopolímeros e copolímeros) da presente invenção são preferivelmente não ramificados ou polímeros reticulados. Por exemplo, preferivelmente nenhum agente ramificador ou reticulador é utilizado na preparação.

A produção de lâminas de fibra, particularmente papel e papelão, inclui produzir uma pasta fluida aquosa de fibra de celulose, que também pode conter expansores minerais inorgânicos ou pigmentos; depositar essa pasta fluida em uma tela ou estrutura móvel de produzir papel; e formar uma lâmina a partir dos componentes sólidos da pasta fluida pela drenagem da água. A presente invenção fornece uma composição de fibra de celulose que compreende fibra de celulose e os polímeros da presente invenção. A presente invenção também fornece um método de produzir a composição de fibra de celulose que compreende a etapa de adicionar os polímeros da pre-

sente invenção a uma pasta fluida de celulose ou pasta fluida de polpa de celulose.

Os polímeros da invenção podem ser usados em sistemas e processos de produzir papel e são particularmente úteis como auxiliares de drenagem e retenção. Como observado acima, na fabricação comercial de papel, uma pasta fluida de fibras de celulose ou polpa é depositada em uma estrutura ou tela móvel de fazer papel. A pasta fluida pode conter outros químicos, tais como agentes engomantes, amidos, agentes de controle de depósito, expansores minerais, pigmentos, preenchedores, agentes opacificantes, iluminadores ópticos, coagulantes orgânicos ou inorgânicos, floculantes convencionais e outros aditivos comuns para polpa de papel. Conforme a água da pasta fluida depositada é removida, forma-se uma lâmina. Comumente, as lâminas são então prensadas e secas para formar papel ou papelão. Os polímeros da invenção são preferivelmente adicionados à pasta fluida antes que ela alcance a tela para melhorar a drenagem ou a remoção de água e retenção das fibras finas e preenchedores na pasta fluida.

Polpas de fibra de celulose adequadas que podem ser empregadas nos métodos da invenção incluem a matéria-prima convencional de produzir papel tal como a polpa química tradicional. Por exemplo, polpa de sulfato e polpa de sulfito branqueada ou não-branqueada, polpa mecânica tal como madeira moída, polpa termo-mecânica, polpa quimiotermomecânica, polpa reciclada tal como recipientes velhos de corrugado, papel de jornal, rejeitos de escritório, papel de revista e outros rejeitos não descoloridos, rejeito colorido e misturas desses, podem ser usados.

O polímero presentemente descrito é tipicamente diluído no local da aplicação para produzir uma solução aquosa de cerca de 0,01 a cerca de 1% de polímero ativo e então adicionado ao papel processado para afetar a retenção e drenagem. O polímero presentemente descrito pode ser adicionado à matéria-prima espessa ou matéria-prima fina, preferivelmente a matéria-prima fina. O polímero pode ser adicionado em um ponto de adição ou pode ser adicionado de forma dividida tal que o polímero é adicionado simultaneamente em dois ou mais pontos de adição separados. Pontos de adição

de matéria-prima típicos incluem ponto(s) de adição antes da bomba centrífuga, após a bomba centrífuga e antes da tela de pressão ou após a tela de pressão.

- O polímero presentemente descrito é preferivelmente empregado em uma proporção entre cerca de 4,53 g (0,01 lb), a cerca de 4,53 kg (10 lb), do polímero ativo por tonelada de polpa de celulose, baseado no peso seco da polpa. A concentração de polímero é mais preferivelmente entre cerca de 22,68 g (0,05 lb), a cerca de 2,27 kg (5 lb), de polímero ativo por tonelada de polpa de celulose seca.
- A polimerização de polímeros sulfonados aromáticos, de alto peso molecular, solúveis em água ou aniónicos dispersíveis em água pode ser realizada de qualquer maneira conhecida daqueles versados na técnica, por exemplo veja Allcock e Lampe, *Contemporary Polymer Chemistry*, (Englewood Cliffs, New Jersey, PRENTICE-HALL, 1981), capítulos 3-5. Os polímeros podem ser produzidos através de polimerização por emulsão inversa, polimerização em solução, polimerização em suspensão, polimerização por precipitação, etc. Os polímeros também podem ser produzidos através de sulfonação de um poliestireno cognato, onde um polímero de poliestireno não-iônico, insolúvel em água é sulfonado para um sulfonato de poliestireno.
- Exemplos dessas reações incluem o uso de diversos agentes sulfonantes, incluindo mas não limitado a trióxido de enxofre (SO_3), trióxido de enxofre com fosfato de tri-étila, sulfato de acetila (produzido *in situ* pela mistura de ácido sulfúrico concentrado com anidrido acético), ácido clorossulfônico e semelhantes.
- Qualquer agente de transferência de cadeia conhecido por aqueles versados na técnica podem ser usados para controlar o peso molecular. Esses incluem, mas não são limitados a álcoois de alquila inferior tal como isopropanol, aminas, mercaptanos tal como mercaptoetanol, fosfitos, tioácidos, álcool de alil, e semelhantes. Deve ser entendido que os métodos de polimerização antes mencionados não limitam de nenhuma maneira a síntese de polímeros de acordo com a invenção.

Em outra modalidade, um método para fazer os polímeros acima

descritos é descrito no pedido de patente U.S. co-pendente Ser. N°. 11/012.010, depositado em 14 de dezembro de 2004, a divulgação completa do qual está aqui incorporada por referência.

Os presentes compostos são ainda descritos nos seguintes e-
5 exemplos.

EXEMPLOS

Exemplo 1

A um frasco de reação adequado equipado com um agitador mecânico superior, termômetro, tubo de aspersão de nitrogênio e condensador foi adicionada uma fase oleosa de óleo de parafina (139,0 g, óleo ESCAID® 110, ExxonMobil-Houston, TX) e surfactantes (3,75 g de CIRRASOL® G-1086 e 11,25 g de SPAN® 80, ambos de Uniqema, New Castle, DE).

Uma fase aquosa foi preparada separadamente que compreendeu 15 50% em peso de solução de acrilamida em água (51,1 g, 50% em mol com base no monômero total), ácido estireno sulfônico, sal de sódio em pó (74,44 g, 50% em mol com base no monômero total), água deionizada (218,47 g) e solução quelante VERSENEX®80 (0,27 g) (Dow Chemical, Midland, MI). A fase aquosa foi aquecida a cerca de 35-45°C para dissolver os 20 monômeros. O pH da solução aquosa varia de 9-11.

A fase aquosa foi então adicionada à fase oleosa enquanto misturada simultaneamente com um homogeneizador para obter uma emulsão água-em-óleo estável. Essa emulsão é então misturada com um agitador de lâmina de vidro 4, enquanto era aspergido com nitrogênio por 60 minutos.
25 Durante a aspersão de nitrogênio a temperatura da emulsão foi ajustada para $57\pm1^{\circ}\text{C}$. Posteriormente, a aspersão foi descontinuada e uma cobertura de nitrogênio implementada.

A polimerização foi iniciada pela alimentação de 3% em peso de solução AIBN em tolueno correspondendo a uma carga inicial de AIBN de 30 75 ppm sobre uma base molar total de monômero. Quatro horas após a carga inicial de AIBN, uma solução de AIBN 3% em peso em tolueno correspondendo a uma segunda carga de AIBN de 75 ppm sobre a base molar total de

monômero, foi carregada no reator durante ~30 segundos. Então o lote foi mantido em $57\pm1^\circ\text{C}$ por 1,5 horas. A carga final de AIBN, uma solução de AIBN 3% em peso em tolueno correspondendo a uma carga final de AIBN de 100 ppm sobre uma base molar total de monômero, foi adicionada no reator 5 durante ~30 segundos e aquecida para $65\pm1^\circ\text{C}$ e mantida durante cerca de 0,5 horas. O lote foi então resfriado em temperatura ambiente e o produto coletado.

Opcionalmente, um tensoativo de interrupção pode ser adicionado à emulsão inversa polimérica para intensificar a inversão da emulsão 10 quando adicionada à água.

Exemplos 2-7

A preparação do polímero foi conduzida de acordo com o método do Exemplo 1, exceto pelas alterações fornecidas na Tabela 1.

TABELA 1

15

Exemplo	Composição Molar	Mw, g/mol (10^6)
1	NaSS 50%/AM 50%	10
2	NaSS 30%/AM 70%	8,7
3	NaSS 50%/AM 50%	25,9
4	NaSS 70%/AM 30%	10
5	Nass 70%/AM 30%	11,8
6	NaSS 100%	7,0
7	NaSS 100%	5,4

A média de peso do peso molecular M_w foi determinada por dispersão de luz de laser multiangular (MALLS) do lote usando um sistema Dawn DSP Laser Photometer Optilab DSP Interferometric Refractometer (Wyatt Technology, Santa Barbara, CA). No modo MALLS do lote, diversas 20 concentrações de solução de polímero em NaNO_3 1 M foram analisadas a fim de extrapolar a dispersão da luz e dados de índice de refração para ângulos de dispersão e concentrações muito pequenas. Plots de Zimm foram então construídos, utilizando os dados de dispersão da luz de diversas concentrações de polímero e ângulos de detecção, para se obter média de peso

do peso molecular M_w .

O método de determinação da média de peso do peso molecular M_w é dispersão da luz. Enquanto a cromatografia de exclusão de tamanho (SEC) ou cromatografia de permeação em gel (GPC) também possa fornecer uma média de peso do peso molecular M_w , isso é uma determinação relativa do M_w com base em uma comparação do polímero testado com os padrões de peso molecular dos polímeros. A dispersão da luz é o único método divulgado aqui para determinar a média de peso do peso molecular M_w .

A média de peso do peso molecular M_w foi determinada como
10 acima para vários polímeros comparativos, listados na Tabela 2.

TABELA 2

Polímero	Composição Molar	M_w , g/mol (10^6)
VERSA®TL-501	100% NASS	1,7
SP2 - N°625	100% NaSS	0,26*
SP2 - N°626	100% NaSS	0,51*
EM 1030 Na	100% NaAc	6,4
NA 132	32% AMPS/68% AM	3,7
EM 1010	100% AMPS	9,4

* fornecedor informou M_w determinado por dispersão da luz

Abreviações

15 VERSA®TL-501 é um poli(estrenossulfonato, sal de sódio), comercialmente disponibilizado por Alco Chemicals (Chattanooga, TN) como uma solução aquosa

20 Produtos SP2 números 625 e 626 são padrões de peso molecular de poli(estrenossulfonato, sal de sódio), disponibilizados por Scientific Polymer Products (Ontario, NY) como pós secos

EM 1030 Na é um poli(acrilato de sódio), comercialmente disponibilizado por SNF Floerger (Riceboro, GA) como emulsão inversa , de auto-inversão

25 NA 132 é um poli(ácido acrilamida-co-2-acrilamido-2-metilapropanossulfônico) 32:68% em mol disponibilizado por SNF Floerger como

um pó seco

EM 1010 é um polímero 2-acrilamida-2-metila-propanossulfônico, sal de sódio) disponibilizado por SNF Floerger como emulsão inversa, de auto-inversão

5 NaSS – estirenossulfonato de sódio

AM – acrilamida

NaAc – acrilato de sódio

AMPS – ácido 2-acrilamido-2-metila-propanossulfônico, sal de sódio

10 M_w – média de peso do peso molecular determinada por dispersão multiangular de luz de laser (MALLS)

As técnicas de formação da lâmina de papel e química de retenção são bem conhecidas na técnica. Por exemplo, veja *Handbook for Pulp and Paper Technologist*, Ed. G.A. Smook, (Atlanta, GA, TAPPI Press, 1989)

15 e *PULP AND PAPER, Chemistry and Chemical Technology*, 3^a edição, ed. J.P. Casey (New York, Wiley-Interscience, 1981). Para avaliar o desempenho dos exemplos da presente invenção, uma série de experimentos de drenagem foi conduzida utilizando o Dynamic Drainage Analyzer (DDA). Os polímeros presentemente descritos e comparativos foram comparados com NP 20 780 (Eka Chemicals, Marietta, GA), um auxiliar de drenagem de sílica inorgânico comumente referido dentro da indústria como "micropartícula". A menos que estabelecido de outra maneira, todos os percentuais, partes, etc., são em peso.

O DDA (AB Akribi Kemikonsulter, Sundsvall, Suécia) é conhecido na técnica. A unidade consiste em uma vaso de mistura defletor, um vaso a vácuo e uma caixa de controle equipada com controles pneumáticos e eletrônicos. O DDA medirá o tempo de drenagem, retenção e permeabilidade da lâmina úmida de um suprimento de polpa. Na operação do DDA, uma pasta fluida de polpa é adicionada à câmara de mistura. Ao iniciar o teste, 25 um agitador mecânico começará a misturar em uma velocidade especificada. Os diversos aditivos são adicionados à câmara de mistura em intervalos de tempo específicos. Ao completar a mistura, vácuo em 300 mbar é aplicado.

do ao reservatório sob a câmara de mistura, drenando a mistura e coletando o filtrado no vaso a vácuo. O suprimento continuará a drenar até que o vácuo transponha o suprimento e uma matriz úmida seja formada, análoga a uma linha úmida (**wet line**) em uma máquina de papel. O vácuo continuará a 5 operar por um tempo específico após a matriz ser formada. O tempo de drenagem de DDA é determinado como o tempo da transposição do vácuo, onde o vácuo diminui a partir do nível aplicado de 300 mbar. A permeabilidade da lâmina é o equilíbrio do vácuo da matriz úmida até o final do teste. Um tempo de drenagem inferior em segundos é a resposta mais desejada, já 10 que a polpa perderá água mais rapidamente. Uma permeabilidade da lâmina mais alta é desejada, sendo isso uma indicação do grau de floculação da matéria úmida formada. Uma baixa permeabilidade indica um alto grau indesejado de floculação, resultando em grandes flocos que não liberam facilmente a água intersticial. Esse tipo de flocos não perde água facilmente em 15 uma máquina de papel na prensa e seções de drenagem. Uma permeabilidade baixa também poderá resultar em capacidade de impressão e revestimento pobres da lâmina resultante formada. Na comparação de sistemas diferentes, um baixo tempo de drenagem em combinação com uma alta permeabilidade da lâmina é a resposta desejada.

20 O suprimento empregado nessa série de testes era um suprimento mecânico sintético, de pH ácido. Esse suprimento é preparado a partir de fragmentos revestidos e não-revestidos obtidos de uma fábrica de papel do sul dos US. O papel fragmentado revestido e não-revestido é disperso na água utilizando um desintegrador TAPPI (Testing Machines Inc., Amityville, 25 NY). A água utilizada no preparo do suprimento compreende uma mistura de 3 partes de água deionizada para 1 parte de água pesada local, adicionalmente modificada com sulfato de sódio a 0,075% e goma de pectina Slen-did® 100 a 0,0025% (CP Kelco, Atlanta, GA). O pH do suprimento é ajustado para 4,5.

30 Os testes de drenagem DDA são conduzidos com 500 ml de suprimento sintético, que tem uma concentração total de sólidos de 0,5%. O teste é conduzido em 1.600 rpm com a adição seqüencial de um amido cati-

ônico, seguido de um coagulante catiônico, seguido de um polímero floculante, seguido de auxiliar de drenagem; os materiais são todos misturados em intervalos de tempo específicos. Após o auxiliar de drenagem ter sido introduzido, o teste de drenagem é conduzido. O amido catiônico é adicionado em um nível de 4,53 kg (10 lbs). de amido por ton de suprimento seco. O coagulante catiônico é adicionado em um nível de 453,6 g (1 lb) de coagulante ativo por ton de suprimento seco. O polímero floculante é adicionado em um nível de 226,8 g (0,5 lb) de floculante ativo por ton de suprimento seco. As dosagens dos auxiliares de drenagem são em libras (lbs) de auxiliar de drenagem ativo por ton de suprimento seco, com as dosagens específicas anotadas nas tabelas de dados.

Em testes de drenagem DDA, o amido catiônico utilizado é o amido de batata STALOK®400 (A.E. Staley, Decatur, IL.). O coagulante catiônico é um polímero de condensação epicloridrin-dimetilamina ramificado, vendido sob o nome comercial de PERFORM® PC 1279 (Hercules, Wilmington, DE). O floculante catiônico utilizado é um cloreto de acrilamida/acriolioxietiltrimetilamônio a 90/10% em mol, vendido sob o nome comercial de PERFORM® PC 8715 (Hercules, Wilmington, DE), comercialmente disponível como um pó seco. Os resultados da drenagem DDA são fornecidos na tabela 3 abaixo.

TABELA 3

Corrida N°	Descrição	Auxiliar de Drenagem/Polímero	Nº/T (ativo)	Tempo de drenagem (s)	Permeabilidade da lâmina (mbar)
3-1	--	nenhum	0	22,5	228
3-2	Padrão	NP 780	0,5	21,1	230
3-3	Padrão	NP 780	1	19,1	232
3-4	Padrão	NP 780	1,5	18,1	237
3-5	Exemplo 2	33618-52	0,3	24,6	232
3-6	Exemplo 2	33618-52	0,6	22,9	230
3-7	Exemplo 2	33618-52	0,9	21,4	229
3-8	Exemplo 1	33651-7	0,3	22,9	232
3-9	Exemplo 1	33651-7	0,6	19,9	229
3-10	Exemplo 1	33651-7	0,9	17,7	229

3-11	Exemplo 4	33651-37	0,3	22,1	230
3-12	Exemplo 4	33651-37	0,6	18,7	227
3-13	Exemplo 4	33651-37	0,9	15,5	222
3-14	Exemplo 6	33632-10	0,3	20,5	233
3-15	Exemplo 6	33632-10	0,6	17,6	236
3-16	Exemplo 6	33632-10	0,9	15,9	243
3-17	Comparativo	EM 1030 Na	0,3	24,7	237
3-18	Comparativo	EM 1030 Na	0,6	23,6	242
3-19	Comparativo	EM 1030 Na	0,9	23,0	248
3-20	Comparativo	NA 132	0,3	24,4	230
3-21	Comparativo	NA 132	0,6	24,8	237
3-22	Comparativo	NA 132	0,9	24	245
3-23	Comparativo	EM 1010	0,3	23,6	237
3-24	Comparativo	EM 1010	0,6	21,6	243
3-25	Comparativo	EM 1010	0,9	20,7	251

Os dados fornecidos na Tabela 3 ilustram a atividade de drenagem dos polímeros sulfonados aniónicos, aromáticos da presente invenção comparados com os resultados obtidos com polímeros carboxilados e sulfonados alifáticos. Os polímeros nas corridas de 8 até 16 com 50%, 70% e

- 5 100% de polímeros de NaSS melhoraram o tempo de drenagem em comparação aos floculantes catiônicos isolados, sem afetar a permeabilidade da lâmina.

EM 1030 Na, EM 1010 e AN132 não melhoraram a drenagem além do programa de controle do floculante catiônico isolado.

- 10 Contrariando as expectativas, os dados daqui demonstraram que os polímeros de peso molecular elevado, aniónicos, aromáticos, sulfonados da presente invenção são extremamente superiores em afetar a retenção e drenagem, já que os polímeros alifáticos sulfonados e polímeros carboxilados não fornecem qualquer melhora na drenagem comparados com
15 um controle não-tratado.

Uma segunda série de testes de drenagem com o suprimento sintético, de pH ácido e mecânico foi conduzida utilizando o DDA.

TABELA 4

Corrida N°	Descrição	Auxiliar de Drenagem	Nº/T (ativo)	Tempo de drenagem (s)	Permeabilidade da lâmina (mbar)
4-1	---	nenhum	0	24,1	237
4-2	Padrão	NP 780	0,5	23,2	237
4-3	Padrão	NP 780	1	20,2	237
4-4	Padrão	NP 780	1,5	18,5	236
4-5	Comparativo	SP -N°625	0,3	23,8	240
4-6	Comparativo	SP -N°625	0,6	21,3	248
4-7	Comparativo	SP -N°625	0,9	20,8	257
4-8	Comparativo	SP -N°626	0,3	23,3	241
4-9	Comparativo	SP -N°626	0,6	20,6	249
4-10	Comparativo	SP -N°626	0,9	20,1	256
4-11	7	33562-88	0,3	23,0	240
4-12	7	33562-88	0,6	19,6	241
4-13	7	33562-88	0,9	17,1	242
4-14	4	33651-37	0,3	23,4	240
4-15	4	33651-37	0,6	19,3	233
4-16	4	33651-37	0,9	16,4	231

Os dados na Tabela 4 demonstram que os polímeros de M_w maior do que 5 milhões forneceram boa atividade de drenagem, excedendo aquela fornecida por NP 780 em doses mais baixas do produto. Os homopolímeros PSS que possuem M_w de 220.000 e 510.000 forneceram atividade de drenagens mínima comparados aos polímeros presentemente descritos com M_w maior do que 5 milhões e demonstraram a necessidade de um M_w maior do que 5 milhões para afetar o desempenho de drenagem. Esse resultado é inesperado.

Uma série de testes de drenagem também foi conduzida utilizando um teste de drenagem a vácuo (VDT) com um suprimento livre de madeira, sintético com pH ácido; os dados são mostrados na Tabela 4. A estrutura do equipamento é similar ao teste do funil de Buchner como descri-

to em vários livros de referência sobre filtração, por exemplo veja *Perry's Chemical Engineers'Handbook*, 7^a edição (McGraw-Hill, New York, 1999) PP.18-78. O VDT consiste em um funil de filtro magnético de Gelman de 300 ml, um cilindro graduado de 250 ml, um interruptor rápido, um sifão de água e uma bomba a vácuo com um calibrador de vácuo e regulador. O teste VDT é conduzido primeiro levando-se o vácuo até o nível desejado, tipicamente 10 polegadas Hg, e colocando-se o funil apropriadamente no cilindro. Depois, 250 g de suprimento de papel 0,5% em peso são colocados em um bêquer e então os aditivos necessários de acordo com o programa de tratamento (por exemplo, amido, alúmen, e floculantes de teste) são adicionados ao suprimento sob agitação fornecida por um misturador superior (overhead mixer). O suprimento é então despejado no funil de filtro e a bomba a vácuo é ligada enquanto se dispara simultaneamente um cronômetro. A eficácia da drenagem é descrita como o tempo requerido para se obter 230 ml do filtrado. O princípio do VDT é baseado na teoria da torta de filtração, para referência veja *Solid-Liquid Separation*, 3^a edição, Ed. L. Svarovsky, (Londres, Butterworths, 1990), capítulo 9. Inicialmente, os sólidos na pasta fluida são depositados em um meio filtrante fino que serve para suportar a torta de filtro. O depósito sucessivo de camadas sólidas para formar a torta de filtro ou matriz, é dependente da densidade do floco, da distribuição de tamanho do floco na matriz e dos níveis de materiais poliméricos residuais na fase aquosa. Um floculante que forma flocos densos e de tamanho uniforme e tem baixo nível residual de água (isto é, boas características de formação) demonstrarão boa drenagem no teste VDT e vice-versa.

O suprimento sintético ácido livre de madeira é preparado a partir de polpas secas comerciais (market lap pulp) lenhosas e semilenhosas, e de água e outros materiais. Primeiro, as polpas comerciais (market lap pulp) secas lenhosas e semilenhosas são refinadas separadamente em um laboratório de Valley Beater (Voith, Appleton, WI). Essas polpas são então adicionadas a um meio aquoso.

A água utilizada no preparo do suprimento compreende uma mistura de 3 partes de água deionizada e 1 parte de água dura local, adiciona-

nalmente modificada com sulfato de sódio 0,075% e goma de pectina Slen-did® 100 (CP Kelco, Atlanta, GA). O pH do suprimento é ajustado para 4,5.

- Para preparar o suprimento, a madeira lenhosa e a madeira semilenhosa são dispersas no meio aquoso em uma proporção de 70:30 do peso de madeira lenhosa:madeira semilenhosa. Um preenchedor de argila é introduzido no suprimento em 25 por cento do peso, com base no peso seco combinado das polpas, a fim de fornecer um suprimento final compreendendo 80% de fibra e 20% de preenchedor de argila. O pH do suprimento é ajustado para 4,5. O amido, coagulante e aditivos floculantes , dosagens e seqüência de adição são as utilizados nos exemplos acima.

TABELA 5

Corrida Nº	Descrição	Auxiliar de Drena- gem/Polímero	N°/T (ativo)	Tempo de drenagem (s)
5-1	---	nenhum	0	31,4
5-2	Padrão	NP 780	0,3	19,0
5-3	Padrão	NP 780	0,6	17,4
5-4	Padrão	NP 780	0,9	17,5
5-5	Comparativo	EM 1030 Na	0,3	21,5
5-6	Comparativo	EM 1030 Na	0,6	21,8
5-7	Comparativo	EM 1030 Na	0,9	23,1
5-8	Exemplo 4	33651-37	0,3	22,1
5-9	Exemplo 4	33651-37	0,6	19,9
5-10	Exemplo 4	33651-37	0,9	18,0
5-11	Exemplo 6	33632-10	0,3	20,9
5-12	Exemplo 6	33632-10	0,6	19,7
5-13	Exemplo 6	33632-10	0,9	19,5
5-14	Comparativo	EM 1010	0,3	29,8
5-15	Comparativo	EM 1010	0,6	28,7
5-16	Comparativo	EM 1010	0,9	29,9
5-17	Comparativo	SP2 - N°625	0,3	22,0
5-18	Comparativo	SP2 - N°625	0,6	23,2
5-19	Comparativo	SP2 - N°625	0,9	25,0

5-20	Comparativo	SP2 - N°626	0,3	20,9
5-21	Comparativo	SP2 - N°626	0,6	22,8
5-22	Comparativo	SP2 - N°626	0,9	22,9

- Os dados na Tabela 5 demonstram a boa atividade dos polímeros presentemente descritos comparados com EM 1010 que não afeta a drenagem e os polímeros PSS de M_w menor, que não aumentam adicionamente a drenagem conforme a dosagem aumenta. Os polímeros PSS de M_w menor fornecem drenagem mais lenta conforme a dosagem é aumentada, uma resposta indesejada. Os polímeros presentemente descritos que possuem M_w superior a 5 milhões demonstram uma drenagem acentuadamente melhor do que o polímero EM 1010 sulfonado alifático e do que os homopolímeros PSS de baixo M_w . Esse resultado é inesperado.
- Outra série de experimentos de drenagem DDA foram conduzidos com os polímeros presentemente descritos utilizando um suprimento de uma fábrica de papel do sul dos US que produz papel cuchê leve. A fábrica estava rodando um programa com sílica NP 780 em combinação com um coagulante catiônico e floculante catiônico. O suprimento foi preparado pela mistura de matéria-prima da câmara de trituração e água branca até uma consistência representativa. Para o teste DDA, o suprimento foi tratado com um coagulante catiônico em um nível de 453,6 (1 lb) de coagulante ativo por ton de suprimento seco, um polímero floculante em um nível de 226,8 g (0,5 lbs) de floculante ativo por ton de suprimento seco e os auxiliares de drenagem em lbs de auxiliar de drenagem ativo por ton de suprimento seco, com as dosagens específicas observadas na tabela de dados. O coagulante catiônico é PERFORM® PC 1279 e o floculante catiônico utilizado é o floculante PERFORM® PC 8715.

TABELA 6

Corrida Nº	Descrição	Auxiliar de Dre- nagem/Polímero	Nº/T (ativo)	Tempo de dre- nagem (s)	Permeabilidade da lâmina (mbar)
6-1	--	nenhum	0	32,6	249
6-2	Padrão	NP 780	0,25	24,6	236
6-3	Padrão	NP 780	0,5	25,0	240
6-4	Padrão	NP 780	1	24,0	237
6-5	Comparativo	EM 1030 Na	0,25	30,2	242
6-6	Comparativo	EM 1030 Na	0,5	31,5	246
6-7	Exemplo 3	33562-30	0,25	24,7	257
6-8	Exemplo 3	33562-30	0,5	20,7	241
6-9	Comparativo	VERSA® TL-501	0,25	25,3	242
6-10	Comparativo	VERSA® TL-501	0,5	25,0	247

Outra série de experimentos de drenagem DDA foi conduzida com os polímeros presentemente descritos utilizando suprimento de uma fábrica de papel do sul do US que produz papel de jornal. A fábrica estava rodando um programa com sílica NP 780 em combinação com alúmen e floculante catiônico. O suprimento foi preparado pela mistura de matéria-prima da câmara de trituração e água branca até uma consistência representativa. Para o teste DDA, o suprimento foi tratado com octadecaídrato de sulfato de alumínio em um nível de 1,81 kg (4 lb). de alúmen por ton de suprimento seco, um polímero floculante em um nível de 113,4 g (0,25 lb). de floculante ativo por ton de suprimento seco e os auxiliares de drenagem estão em lbs. de auxiliar de drenagem ativo por ton de suprimento seco, com as dosagens específicas observadas na tabela de dados. O floculante catiônico utilizado é o floculante PERFORM® PC 8715.

TABELA 7

Corrida N°	Descrição	Auxiliar de Drenagem	N°/T (ativo)	Tempo de drenagem (s)	Permeabilidade da lâmina (mbar)
7-1	---	nenhum	0	36,8	262
7-2	Padrão	NP 780	0,25	28,5	260
7-3	Padrão	NP 780	0,5	27,6	260
7-4	Padrão	NP 780	0,75	27,1	264
7-5	Padrão	NP 780	1	28	264
7-6	Comparativo	EM 1030 Na	0,25	36,3	261
7-7	Comparativo	EM 1030 Na	0,5	36,3	262
7-8	Exemplo 5	33618-18	0,25	27,8	261
7-9	Exemplo 5	33618-18	0,5	25,3	255
7-10	Exemplo 5	33618-18	1	24,6	247
7-11	Comparativo	VERSA® TL-501	0,25	31,8	278
7-12	Comparativo	VERSA® TL-501	0,5	33,2	282

Os dados nas Tabelas 6 e 7 ilustram a boa drenagem dos polímeros presentemente descritos em suprimento moído, excedendo a drenagem fornecida por NP 780, EM 1030 Na e um homopolímero PSS de baixo M_w Versa® TL-501. Os polímeros presentemente descritos que possuem M_w maior do que 5 milhões demonstraram drenagem acentuadamente melhor do que o homopolímero PSS de baixo M_w . Esse resultado é inesperado.

Outra série de experimentos de drenagem VDT foram conduzidos utilizando um suprimento alcalino sintético; os dados são mostrados na Tabela 8. O suprimento alcalino sintético é preparado a partir de polpas comerciais secas (market lap pulps) lenhosas e semilenhosas e a partir de água e outros materiais. Primeiro, a polpa comercial seca lenhosa e semilenhosa é refinada separadamente em um laboratório de Valley Beater (Voith, Appleton, WI). Essas polpas são então adicionadas a um meio aquoso.

A água utilizada no preparo do suprimento compreende uma mistura de 3 partes de água deionizada e 1 parte de água dura local, adicio-

nalmente modificada com bicarbonato de sódio 0,01% e cloreto de sódio 0,03%;

Para preparar o suprimento, a madeira lenhosa e a madeira semilenhosa são dispersas no meio aquoso em uma proporção de 70:30 do peso de madeira lenhosa:madeira semilenhosa. Um preenchedor de carbonato de cálcio precipitado (PCC) é introduzido no suprimento em 25 por cento do peso, com base no peso seco combinado das polpas, a fim de fornecer um suprimento final compreendendo 80% de fibra e 20% de preenchedor de PCC. O pH resultante é 8,3.

O teste VDT foi conduzido em 1200 rpm com a adição seqüencial de um amido catiônico, seguido de alúmen, seguido de polímero floculante, seguido de auxiliar de drenagem; os materiais são todos misturados em intervalos de tempo específicos. Após o auxiliar de drenagem ter sido introduzido e misturado, o teste de drenagem é conduzido. O amido catiônico é adicionado em um nível de 4,53 kg (10 lbs). de amido por ton de suprimento seco. O alúmen (octadecacídrato de sulfato de alumínio) é adicionado em um nível de 2,27 kg (5 lb). de alúmen por ton de suprimento seco. O polímero floculante é adicionado em um nível de 181,4 g (0,4 lbs) de polímero floculante ativo por ton de suprimento seco. As dosagens de auxiliares de drenagem estão como lbs. de auxiliar de drenagem ativo por ton de suprimento seco, com as dosagens específicas observadas na tabela de dados.

O amido catiônico e alúmen são como descritos em outras tabelas de dados. O floculante catiônico utilizado é acrilamida/cloreto de acriloiloxietiltrimetilâmônio 90/10% em mol, vendido sob o nome comercial PER-FORM® PC 8138 (Hercules, Wilmington, DE), disponibilizado comercialmente como uma emulsão de auto-inversão. O auxiliar de drenagem PER-FORM® SP 9232 (Hercules, Wilmington, DE) é um auxiliar de drenagem disponível comercialmente como uma emulsão de auto-inversão.

TABELA 8

Corrida Nº	Descrição	Auxiliar de Drenagem/Polímero	Nº/T (ativo)	Tempo de drenagem (s)
8-1	---	nenhum	0	33,8
8-2	Comparativo	PERFORM® SP 9232	0,2	28,4
8-3	Comparativo	PERFORM® SP 9232	0,4	23,8
8-4	Comparativo	PERFORM® SP 9232	0,8	18,1
8-5	Exemplo 4	33651-37	0,2	24,2
8-6	Exemplo 4	33651-37	0,4	20,6
8-7	Exemplo 4	33651-37	0,8	17,1
8-8	Exemplo 1	33651-7	0,2	25,0
8-9	Exemplo 1	33651-7	0,4	22,5
8-10	Exemplo 1	33651-7	0,8	19,3
8-11	Exemplo 6	33632-10	0,2	22,5
8-12	Exemplo 6	33632-10	0,4	19,8
8-13	Exemplo 6	33632-10	0,8	18,1

Os dados de drenagem na Tabela 8 demonstram a atividade comparável dos polímeros presentemente descritos comparados a um auxiliar de drenagem comercial em um suprimento alcalino.

As divulgações de cada patente, pedido de patente e publicação citada ou descrita nesse documento estão incorporadas aqui por referência, em suas totalidades.

Várias modificações da invenção, além daquelas aqui descritas, ficarão claras para aqueles versados na técnica a partir da descrição precedente. Tais modificações são também pretendidas recair dentro do escopo das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de fibra celulósica, caracterizada pelo fato de que compreende:

5 fibra de celulose e um polímero compatível com água que compreende

10 i) um segmento polimérico formado a partir de pelo menos um monômero (A) etilicamente insaturado substituído por pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$, em que p é 0 ou 1, R_1 é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila,

15 arila, ou um cátion,

20 ii) um segmento polimérico formado a partir de pelo menos um monômero aniónico ou não-iônico etilicamente insaturado (B),

em que

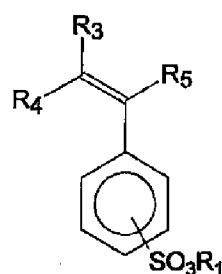
15 o polímero tem um peso molecular médio de 5 milhões ou mais;

20 o termo "alquila" inclui ambos os grupos de hidrocarbonetos alifáticos saturados de cadeia linear e ramificada contendo até 12 átomos de carbono;

25 o termo "arila" significa uma porção aromática carbocíclica de até 20 átomos de carbono, que pode ter um único anel (monocíclico) ou múltiplos anéis (policíclico) fundidos juntos ou ligados covalentemente;

tanto a alquila quanto a arila podem ser opcionalmente substituídas; e

o monômero A tem a Fórmula 1:



I

em que:

25 R₁ é Na⁺, K⁺, Li⁺, NH₄⁺, ou R₅NH₃⁺; e

 R₃, R₄ e R₅ são, independentemente, H ou alquila, e

o grupo $-SO_3R_1$ está na posição orto, meta ou para.

2. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

1, caracterizada pelo fato de que o monômero A é selecionado a partir do grupo que consiste do ácido livre ou sal de: ácido estirenossulfônico, ácido 5 viniltoluenossulfônico, ácido α -metila estirenossulfônico, ácido anetolessulfônico, ácido vinil fenila sulfúrico, 4-sulfonato N-benzil acrilamida, 4-sulfonato N-fenila acrilamida, ácido vinylpirenosulfônico, ácido vinilantracenossulfônico, ácido 2-acrilamido-2-metila-propanossulfônico (AMPS), ácido vinil sulfônico, sulfonato de vinylpiridinopropano e misturas dos mesmos.

10 3. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

1, caracterizada pelo fato de que o monômero A compreende um ácido livre ou sal de ácido estirenossulfônico.

4. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

1, caracterizada pelo fato de que o monômero B é selecionado a partir do 15 grupo que consiste em acrilamida, metacrilamida, *N*-alquilacrilamida, *N*-metilacrilamida, *N,N*-dialquil acrilamida, *N,N*-dimetilacrilamida, acrilonitrila, *N*-vinil metilacetamida, *N*-vinil formamida, *N*-vinil metila formamida, *N*-vinil pirrolidona, estireno, butadieno, acetato de vinila, acrilato de metila, metacrilato de metila, acrilato de alquila, metacrilato de alquila, alquila acrilamida, alquila 20 metacrilamida, acrilato alcoxilado, metacrilato, acrilato de alquila polietilenglicol, metacrilato de alquila polietilenoglicol; o ácido livre do sal de: ácido (met)acrílico, ácido maléico, ácido fumárico, ácido itacônico, ácido acrilamidoglicólico ou misturas desses.

5. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

25 1, caracterizada pelo fato de que o monômero B é acrilamida.

6. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

1, caracterizada pelo fato de que o monômero B é um sal de ácido acrílico.

7. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

5, caracterizada pelo fato de que o monômero A compreende um sal de só- 30 dio ou de amônio de ácido estirenossulfônico.

8. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação

6, caracterizada pelo fato de que o monômero A compreende um sal de só-

dio ou de amônio de ácido estirenossulfônico.

9. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a fibra de celulose comprehende uma pasta fluida de polpa.

5 10. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a fibra de celulose comprehende papel ou papelão.

10 11. Composição de fibra celulósica de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que comprehende adicionalmente pelo menos um de expansores minerais inorgânicos, pigmentos, agentes de engomação, amidos, agentes de controle de depósito, preenchedores, agentes opacificantes, iluminadores ópticos, agentes de resistência, coagulantes orgânicos ou inorgânicos e flokulantes convencionais.

15 12. Método para preparar uma composição de fibra celulósica como definida na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que comprehende:

20 adicionar a uma pasta fluida de fibra celulósica aquosa um polímero aniônico compatível com água compreendendo um segmento de polímero formado a partir de pelo menos um monômero etilénicamente insaturado (A) substituído com pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$ ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$, em que p é 0 ou 1, R_1 é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila, arila, ou um cátion, e o polímero tem uma média de peso do peso molecular de 5 milhões ou mais.

25 13. Método de melhorar drenagem e retenção de sólidos em uma composição de fibra celulósica como definida na reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que comprehende:

30 adicionar à composição de fibra celulósica um polímero aniônico compatível com água compreendendo um segmento de polímero formado a partir de pelo menos um monômero etilénicamente insaturado (A) substituído com pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$ ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$, em que p é 0 ou 1, R_1 é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila, arila, ou um cátion, e o polímero tem uma média de peso do peso molecular de 5 milhões ou mais.

RESUMO

Patente de Invenção: "**COMPOSIÇÃO DE FIBRA CELULÓSICA E MÉTODOS PARA PREPARAR A REFERIDA COMPOSIÇÃO E MELHORAR DRENAGEM E RETENÇÃO DE SÓLIDOS NA REFERIDA COMPOSIÇÃO**".

5 A presente invenção descreve composições de fibra celulósica compreendendo fibra de celulose e um polímero compatível com água que compreende i) um segmento polimérico formado a partir de pelo menos um monômero (A) etilicamente insaturado substituído por pelo menos um grupo arila e pelo menos uma porção $-S(=O)_2OR_1$, ou $-OS(=O)_2(O)_pR_1$, em
10 que p é 0 ou 1, R₁ é, independentemente em cada ocorrência, H, alquila, arila, ou um cátion ii) um segmento polimérico formado a partir de pelo menos um monômero aniónico ou não-iônico etilicamente insaturado (B).

A presente invenção refere-se ainda a um método para preparar a composição de fibra celulósica, bem como um método de melhorar drenagem e retenção de sólidos da referida composição de fibra celulósica.
15