



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

(11) PI 0612329-5 B1

(22) Data do Depósito: 02/05/2006

(45) Data de Concessão: 05/09/2017



(54) Título: PROCESSO PARA TRATAR MATERIAL LIGNOCELULÓSICO, MATERIAL LIGNOCELULÓSICO TRATADO, ARTIGO DE HIGIENE PESSOAL, MÉTODO PARA PRODUZIR UM COMPOSTO ÚTIL PARA ARTIGOS DE HIGIENE PESSOAL, PROCESSO PARA PRODUZIR PAPEL OU PAPELÃO E PAPEL OU PAPELÃO

(51) Int.Cl.: D21C 9/16; D21H 11/16; A61F 13/15

(30) Prioridade Unionista: 02/05/2005 US 60/676,828, 19/01/2006 US 60/760,073

(73) Titular(es): INTERNACIONAL PAPER COMPANY

(72) Inventor(es): ZHENG TAN; DAMARIS LORENZONI; GOPAL GOYAL; SEN YANG

"PROCESSO PARA TRATAR MATERIAL LIGNOCELULÓSICO, MATERIAL LIGNOCELULÓSICO TRATADO, ARTIGO DE HIGIENE PESSOAL, MÉTODO PARA PRODUZIR UM COMPOSTO ÚTIL PARA ARTIGOS DE HIGIENE PESSOAL, PROCESSO PARA PRODUZIR PAPEL OU PAPELÃO E PAPEL OU PAPELÃO"

Antecedentes da invenção

[0001] Polpas de celulose têm sido usadas em uma variedade de produtos absorventes de cuidado pessoal ou cuidado médico, por exemplo, felpa de fralda ou artigos de incontinência. Um problema importante destas aplicações é o odor provocado pelos fluidos corporais. No caso de felpa de fralda, o odor de amônia da urina é a maior preocupação. Para outras aplicações, o problema de mau cheiro pode ser provocado por outras substâncias contendo nitrogênio ou contendo enxofre.

[0002] Da literatura, é descoberto que uma variedade de aditivos têm sido usados para absorver os odores. Veja por exemplo, as patentes US n^{os} 6765042 e 6852904, e o pedido de patente US n^o. 00268281A1.

Sumário da invenção

[0003] Um aspecto desta invenção se relaciona com um processo compreendendo tratar um material lignocelulósico, preferivelmente em forma de fibra ou particulado e mais preferivelmente uma polpa de madeira dura, de madeira macia ou uma combinação das mesmas, na presença de um catalisador de metal de transição com um agente oxidante selecionado de um grupo consistindo de peróxido de hidrogênio, hipoclorito, dióxido de cloro, ácido hipocloroso e qualquer combinação dos mesmos para formar um material lignocelulósico tratado tendo uma viscosidade igual a ou menor que cerca de 17 cps e preferivelmente tendo grupos funcionais redutores

selecionados do grupo consistindo de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído tais como hemiacetais que predominam na posição C1. Como usado aqui o termo "material lignocelulósico" significa um material polimérico ou oligomérico orgânico tendo a unidade de carboidrato substituída ou não substituída (tal como glicose, manose, xilose, arabinose, galactose e similares) como por exemplo celulose, hemicelulose e polissacarídeos. Como usado aqui, o termo "predomina" significa mais que 50% baseado no peso total de grupos funcionais redutores. Nas configurações preferidas da invenção, o material lignocelulósico tratado preferivelmente tem um número de cobre de mais que cerca de 0,5 e/ou um teor de carboxila de mais que cerca de 3,5 meq/100 gramas.

[0004] Outro aspecto da invenção se relaciona com um material lignocelulósico tratado tendo uma viscosidade igual a ou menor que cerca de 17 cps. O material preferivelmente tem grupos terminais redutores selecionados do grupo consistindo de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído tais como hemiacetais que predominam na posição C1 isto é, pelo menos cerca de 50% baseado no número total de aldeídos e grupos funcionais tipo aldeído contidos no material lignocelulósico tratado. A quantidade de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído na posição C1 é preferivelmente maior que cerca de 75%, mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 80% e o mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 90% baseada na quantidade total de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído contidos no material lignocelulósico tratado. Na configuração de escolha, a quantidade de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído que estão na posição C1

igual a cerca de 95%. Nas configurações preferidas da invenção, o material lignocelulósico tratado preferivelmente tem um número de cobre de mais que cerca de 4 e/ou um teor de carboxila de mais que cerca de 4,5 meq/100 gramas.

[0005] O material lignocelulósico tratado desta invenção exibe uma ou mais propriedades benéficas. Por exemplo, os materiais podem exibir propriedades de controle de odor. Embora nós não desejemos ser garantidos por qualquer teoria é acreditado que alguns materiais controlam odor por complexação com materiais odoríferos como por exemplo amônia da urina e/ou inibindo o crescimento de bactérias que convertem a uréia em amônia. As características de controle de odor destes materiais lignocelulósicos especialmente polpa os torna especialmente úteis na construção de artigos de higiene pessoal absorventes tais como fraldas, artigos de higiene feminina, produtos de incontinência de adulto e similares, como ou sem SAP [partículas superabsorventes]. Certas configurações do material lignocelulósico desta invenção exibem boas propriedades de resistência e/ou drenagem. Certas outras configurações ainda mantêm a maioria das propriedades mecânicas de papel inalteradas comparadas com a polpa não tratada, exceto com a possível exceção de resistência ao cisalhamento.

[0006] Ainda outro aspecto desta invenção relaciona-se com um artigo de higiene pessoal para absorver fluidos, o artigo compreendendo:

pelo menos uma camada de folha superior permeável a fluido e pelo menos uma camada de folha traseira substancialmente impermeável a fluido; e

um material em subcamada absorvente interposto entre a camada

de folha superior e a camada de folha traseira, o material de subcamada compreendendo o material lignocelulósico desta invenção.

[0007] Ainda outro aspecto desta invenção relaciona-se com um método para produzir um composto absorvente útil para artigos de higiene pessoal que compreende:

retalhar a seco o material lignocelulósico tratado desta invenção para formar uma subcamada absorvente compreendida de polpa de madeira tratada a base de felpas;

prover pelo menos uma camada de folha superior permeável a fluido e pelo menos uma camada de folha traseira substancialmente impermeável a fluido; e

interpor o material de subcamada entre a camada de folha superior e a camada de folha traseira.

[0008] Ainda outro aspecto desta invenção relaciona-se com um processo para produzir papel ou papelão que compreende as etapas de:

(a) formar uma matéria-prima de papel aquosa compreendendo polpa tendo uma viscosidade igual a ou menor que cerca de 17 cps e tendo grupos terminais redutores selecionados do grupo consistindo de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído nas posições C6 e C1 mas predominantemente na posição C1;

(b) depositar o citado suprimento sobre um fio de formação de uma máquina de produção de papel para formar uma folha contínua de papel úmida; e

(c) secar a citada trama úmida de papel ou papelão para formar uma folha ou papelão seco.

[0009] Ainda um outro aspecto desta invenção relaciona-se com um papel ou papelão compreendendo polpa tendo uma viscosidade igual a ou menor que cerca de 17 cps e tendo

grupos terminais redutores selecionados do grupo consistindo de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído nas posições C6 e C1 mas predominando na posição C1.

Descrição detalhada da invenção

[0010] Um aspecto desta invenção relaciona-se com um processo compreendendo tratar um material lignocelulósico, preferivelmente polpa de madeira, na presença de um catalisador de metal de transição com um agente oxidante selecionado de um grupo consistindo de peróxido de hidrogênio, dióxido de cloro, hipoclorito, ácido hipocloroso e qualquer combinação dos mesmos.

[0011] O material lignocelulósico pode ser na forma fibrosa ou de particulado como por exemplo fibras de polpa, finos e outros fragmentos de polpa; partículas e pós de hemicelulose, amido e polissacarídeos. O material lignocelulósico também pode estar em solução como por exemplos soluções de derivados de celulose tais como carboximetilcelulose, hidroxipropil celulose e similares.

[0012] O tipo de material lignocelulósico usado no processo desta invenção não é crítico e qualquer tal material pode ser usado. Por exemplo, materiais lignocelulósicos úteis incluem aqueles derivados de fontes conhecidas de tais materiais como por exemplo plantas. Ilustrativos de materiais lignocelulósicos são polissacarídeos tais como amidos. Amidos úteis para a prática desta invenção são carboidratos ocorrendo naturalmente sintetizados em milho, tapioca, batata e outras plantas por polimerização de unidades de dextrose. Todos tais amidos e formas modificadas dos mesmos tais como acetatos de amido, amido ésteres, amido éteres, fosfatos de amido, xantatos de amido, amidos aniônicos, amidos catiônicos

e similares que podem ser derivados reagindo o amido com um produto químico ou reagente enzimático adequado podem ser usados na prática desta invenção. Polissacarídeos úteis podem ser hemicelulose extraída de madeira antes de formação de polpa ou extraída das fibras de polpa após formação da polpa e podem ser grãos de fibra de milho que podem ser enriquecidos com xilanos, celuloses, amidos ou uma combinação de quaisquer dois ou mais dos mesmos. Também ilustrativos de materiais lignocelulósicos para uso na prática do processo desta invenção são fibras de polpa usadas na formação de tecidos, toalhas, fraldas, produtos de higiene feminina e incontinência de adultos e usados para produzir outros tipos de produtos de polpa, papel e papelão. Tais fibras de polpa incluem aquelas derivadas de árvores de madeira dura, árvores de madeira macia, ou uma combinação de árvores de madeira dura e madeira macia preparadas para uso em um suprimento para fabricação de papel por quaisquer operações adequadas conhecidas de digestão, refinamento, e branqueamento como por exemplo a conhecida formação de polpa mecânica, termomecânica, química e semiquímica, etc. e outros processos de formação de polpa bem conhecidos. O termo "polpas de madeira dura" como usado aqui se refere à polpa fibrosa derivada da substância lenhosa de árvores decíduas (angiospermas), enquanto "polpas de madeira macia" são polpas fibrosas derivadas da substância de madeira de árvores coníferas (gimnospermas). Fibras de polpa úteis podem ser providas a partir de plantas herbáceas não lenhosas incluindo, mas não limitadas a, kenaf, cânhamo, juta, linho, sisal, ou abacá embora restrições legais e outras considerações possam tornar a utilização de cânhamo e outras

fontes de fibras impraticáveis ou impossíveis. Fibra branqueada ou não branqueada como por exemplo polpa de kraft não branqueada e de kraft branqueada, ou polpa reciclada pode ser utilizada no processo desta invenção. A polpa pode ter sido submetida a qualquer história de tratamento que seja normal na formação de polpa e branqueamento ou pode ser intencionalmente modificada como por exemplo por pré-hidrólise controlada ou extração cáustica de lascas antes da formação de polpa de kraft, hidrólise ácida ou por enzimas (celulases ou hemicelulases) de polpas de kraft, tratamento de "soda fria" de polpa (até resistência de mercerização).

[0013] Os materiais lignocelulósicos preferidos são polpa de madeira dura, polpa de madeira macia ou uma combinação das mesmas. Os materiais lignocelulósicos mais preferidos são polpas de madeira dura de kraft, polpa de madeira macia ou uma combinação dos mesmos. Os materiais lignocelulósicos os mais preferidos são polpas de madeira dura de kraft branqueadas, polpas de madeira macia ou uma combinação das mesmas, especialmente polpas de madeira macia de kraft branqueadas.

[0014] O catalisador de metal de transição usado na prática desta invenção pode variar amplamente e qualquer metal de transição pode ser usado. Ilustrativos de tais metais são Cu, Fe, Zn, Co, Ni, Mn, V, Mo, W, Zr, Ce, Cr e qualquer combinação dos mesmos. Os metais são preferivelmente usados na forma de sais, preferivelmente sais de metal solúvel em água. Sais de metal preferidos incluem sais de metal de haleto, sulfato, nitrato e fosfato e carbonato e combinações dos mesmos. Os sais de metal os mais preferidos são Cu (sais de metal Cu^+ e Cu^{2+} , Fe (Fe^{3+} , Fe^{2+}) e Zn (Zn^{2+}).

2+) com os sais de metal Cu e Fe sendo aqueles de escolha).

[0015] A quantidade de catalisador de metal usado no processo desta invenção pode variar amplamente e qualquer quantidade suficiente para formar o produto lignocelulósico tratado desejado pode ser usada. A quantidade de catalisador de metal está usualmente em pelo menos cerca de 0,005% em peso do material lignocelulósico apesar de quantidades mais altas ou mais baixas poderem ser usadas. A quantidade de catalisador de metal é preferivelmente de cerca de 0,005 a cerca de 1% em peso do material lignocelulósico seco, mais preferivelmente cerca de 0,01 a cerca de 0,5% em peso do material lignocelulósico seco e o mais preferivelmente cerca de 0,01 a cerca de 0,1% em peso do material lignocelulósico seco.

[0016] Agentes oxidantes para uso no processo são selecionados de um grupo consistindo de peróxido de hidrogênio, dióxido de cloro, hipoclorito, ácido hipocloroso e qualquer combinação dos mesmos. Os agentes oxidantes preferidos são peróxido de hidrogênio e hipoclorito e o agente oxidante o mais preferido é peróxido de hidrogênio.

[0017] A quantidade de agente oxidante pode variar amplamente e qualquer quantidade suficiente para formar o produto lignocelulósico tratado desejado pode ser usada. A quantidade do agente oxidante é usualmente pelo menos cerca de 0,1% em peso do material lignocelulósico seco embora quantidades menores possam ser usadas se efetivas para prover o desejado material lignocelulósico. A quantidade do agente oxidante é preferivelmente de cerca de 0,1 a cerca de 10% em peso do material lignocelulósico seco, mais preferivelmente cerca de 0,1 a cerca de 5% em peso do material

lignocelulósico seco e o mais preferivelmente cerca de 0,5 a cerca de 5% em peso do material lignocelulósico seco.

[0018] As temperaturas de tratamento podem variar amplamente e quaisquer temperaturas suficientes para formar o produto lignocelulósico tratado desejado podem ser usadas. A temperatura de tratamento é usualmente pelo menos cerca de 20°C embora temperaturas mais baixas possam ser usadas se efetivas para prover o material lignocelulósico desejado. A temperatura de tratamento é preferivelmente de cerca de 20°C a cerca de 120°C, mais preferivelmente de cerca de 40°C a cerca de 120°C e o mais preferivelmente de cerca de 40°C a cerca de 90°C, com uma temperatura de tratamento de cerca de 60°C a cerca de 90°C sendo a temperatura de tratamento nas configurações de escolha.

[0019] O pH do tratamento pode variar amplamente e qualquer temperatura suficiente para formar o produto lignocelulósico tratado desejado pode ser usada. O pH do tratamento está usualmente entre cerca de 1 e cerca de 9 embora pHs mais baixos ou mais altos possam ser usados se efetivos para prover o material lignocelulósico desejado. O pH do tratamento é preferivelmente de cerca de 2 a cerca de 8, mais preferivelmente de cerca de 2 a cerca de 7 e o mais preferivelmente de cerca de 2 a cerca de 6.

[0020] Os tempos de tratamento podem variar amplamente e qualquer tempo suficiente para formar o produto lignocelulósico tratado desejado pode ser usado. O tempo de tratamento é usualmente pelo menos cerca de 5 minutos embora tempos de tratamento mais longos possam ser usados se efetivos para prover o material lignocelulósico desejado. O tempo de tratamento é preferivelmente de cerca de 5 minutos a

cerca de 20 horas, mais preferivelmente 15 minutos a cerca de 10 horas e o mais preferivelmente de cerca de 30 minutos a cerca de 4 horas.

[0021] Opcionalmente o processo desta invenção pode ser executado na presença de radiação UV preferivelmente quando peróxido é usado como o agente oxidante. O tratamento UV tem a vantagem de ser mais efetivo em baixas temperaturas tais como temperatura ambiente sem a necessidade de equipamento de aquecimento e pode ser usado para ampliar a faixa efetiva de pH. Por exemplo, o processo pode ser efetivamente executado na presença de radiação UV na temperatura ambiente (ou sem aquecimento), em pH neutro em um tempo muito curto de uns poucos segundos a 1 hora, dependendo da potência da lâmpada UV e condições de mistura de fibra. A lâmpada UV usada no processo, preferivelmente é uma lâmpada de alta intensidade, tal como lâmpada de arco de mercúrio de pressão média ou suas variantes, lâmpadas de flash de Xenônio pulsadas, ou lâmpadas de excímero. É o mais preferível usar a lâmpada de arco de mercúrio de pressão média que é de baixo custo e prontamente disponível de fontes comerciais. As lâmpadas de UV, as quais são inseridas em luvas de quartzo, podem ser inseridas (submersas) dentro da suspensão de polpa para irradiação. Algumas vezes, pode ser mais vantajoso colocar lâmpadas de UV acima da suspensão misturada do material lignocelulósico. Para este tipo de irradiação UV, tanto lâmpadas de arco de mercúrio quanto lâmpadas energizadas sem eletrodos (tais como da companhia Fusion UV) podem ser usadas. É preferido que as fibras de polpa sejam totalmente misturadas e bem agitadas durante a reação uma vez que a penetração de UV em água é muito baixa e a maior parte da ação química tem que vir da

decomposição por UV do peróxido em soluções de água. O tratamento de UV pode ser feito com a adição de catalisador ao sistema de UV-peróxido também. Catalisadores úteis podem variar amplamente e qualquer catalisador de UV convencional pode ser usado como por exemplos sais de metal solúveis em água tais como sais de ferro ou sais de cobre usados no processo; dióxido de titânio micro- ou nano-particularizado ou fotocatalisadores de óxido de zinco; catalisadores orgânicos baseados em azo, tais como 4,4'-azobis(ácido 4-cianovalérico), 2,2'-azobis(dihidrocloreto de 2-metilpropionamidina), AIBN ou Dupont Vazo catalisador 88; e 2,2,6,6-tetrametil-1-piperidiniloxi (TEMPO).

[0022] O processo pode ser conduzido em bateladas, continuamente ou semicontinuamente. O processo desta invenção também pode ser praticado como parte de um processo de formação de polpa como uma etapa de processo no fim de um processo de formação de polpa mecânico, semiquímico ou químico ou como uma parte de um processo de branqueamento como uma etapa de processo no fim do processo de branqueamento. O processo também pode ser usado para tratar polpa para produção de papel comercial ou polpa de felpa como por exemplo re-lubrificando polpa de produção de papel comercial ou polpa de felpa em um hidro-polpador ou dispositivo similar. O tratamento no hidro-polpador ou dispositivo similar tem a flexibilidade de condições ajustáveis. Por exemplo, o tratamento iniciado em pH ácido e após algum período de tempo apropriado ajustado para pH alcalino pela adição de cáustica e continuando a reação em pH mais alto. Este tratamento combinado ácido-alcalino pode ser usado para mudar a razão de grupos carboxila vs. carbonila no

material lignocelulósico tratado.

[0023] O material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem uma viscosidade menor que 17 cps como medida pelo procedimento da TAPPI T-230. Isto contrasta com a viscosidade de polpa não tratada que é usualmente maior que cerca de 17 cps. O material lignocelulósico tratado preferivelmente tem uma viscosidade igual a ou menor que cerca de 15 cps, mais preferivelmente igual a ou menor que cerca de 12 ou igual a ou menor que cerca de 10 cps e o mais preferivelmente de cerca de 1 a cerca de 10 cps. Na configuração de escolha, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem uma viscosidade de cerca de 2 a cerca de 7 cps. É acreditado que a viscosidade de polpa reduzida indique uma grande quantidade de grupos funcionais redutores na posição C1 no extremo das cadeias molecular ou oligomérica formando o material lignocelulósico tratado. Embora não desejando ser garantido por qualquer teoria é acreditado que isto iria prover mais sítios de ligação para alguns metais transicionais, por exemplo cobre e alguns outros e que os grupos funcionais redutores de extremidade atuam como os outros sítios funcionais, em adição a outros grupos oxidados nas unidades de polissacarídeos. Pode ser algumas vezes vantajoso aumentar a quantidade de extremidades de grupos funcionais redutores de extremidade providos por esta invenção tratando adicionalmente o material lignocelulósico tratado em uma etapa de hidrólise ácida ou de hidrólise enzimática que é acreditado aumentará adicionalmente as propriedades de controle de odor do material lignocelulósico tratado.

[0024] O material lignocelulósico tratado formado pelo

processo desta invenção preferivelmente tem um grau de polimerização menor que cerca de 1200. Nestas configurações preferidas da invenção o material lignocelulósico tratado mais preferivelmente tem um grau de polimerização igual a ou menor que cerca de 1000 e o mais preferivelmente igual a ou menor que cerca de 900. Nas configurações de escolha destas configurações preferidas da invenção, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem grau de polimerização de cerca de 100 a cerca de 800 ou de cerca de 200 a cerca de 600. Em uma configuração preferida da invenção, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem grupos redutores selecionados do grupo consistindo de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído tais como hemiacetais que predominam na posição C1 que resulta quando a cadeia lignocelulósica é cortada oxidativamente durante o processo para reduzir o grau de polimerização e a viscosidade da polpa tratada. A quantidade de tais grupos extremos pode ser determinada pelos procedimentos estabelecidos na USP 6.635.755 e referências citadas nela e outros métodos conhecidos por aqueles de experiência ordinária na técnica. De acordo com a invenção é possível que os grupos funcionais redutores possam se isomerizar em grupos outros que de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído. Por causa da randomicidade do processo de oxidação, também é possível que aldeído ou grupos com função tipo aldeído estejam presentes na posição C6 e/ou funções de cetona possam estar presentes nas posições C3 e/ou C4 embora em uma extensão menor. Preferivelmente a quantidade de grupos redutores de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído presentes na posição C1 é maior que cerca de 75%

baseada na quantidade total de aldeído e grupos funcionais tipo aldeído. A quantidade de aldeído e grupos funcionais redutores tipo aldeído presentes na posição C1 é mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 80% e o mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 90% na base mencionada anteriormente. Na configuração de escolha, a quantidade de aldeído e grupos funcionais redutores tipo aldeído na posição C1 é igual a cerca de 95% baseada na quantidade total de aldeído e grupos funcionais redutores tipo aldeído.

[0025] Nas configurações preferidas da invenção, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem um número de cobre igual a ou maior que cerca de 3. O número de cobre é medido pelo seguinte procedimento da Tappi T-430 cm-99. O material lignocelulósico tratado preferivelmente tem um número de cobre igual a ou maior que cerca de 4,4, mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 5 e o mais preferivelmente igual a ou maior que cerca de 5,5.

[0026] Nas configurações preferidas da invenção, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem um número carboxi igual a ou maior que cerca de 3,5 meq/100 gramas de material tratado secado em estufa. O número carboxi é medido pelo seguinte procedimento Tappi T-237 cm-98. O material lignocelulósico tratado preferivelmente tem um número de carboxila acima de 4, mais preferivelmente acima de 5 e o mais preferivelmente acima de 5,5 meq/100 g.

[0027] Em uma configuração preferida desta invenção, o material lignocelulósico tratado formado pelo processo desta invenção tem propriedades de controle de odor como medidas

pela capacidade de se ligar ou complexar com amônia e por sua atividade de inibição bacteriana. A capacidade do material para se complexar com amônia é determinada pelo seguinte teste: um britador de martelos de laboratório Kamas equipado com um funil de formação foi usado para formar a polpa em fibras em chumaços de 50 cm², 3,00 gramas formados a partir do material lignocelulósico. Os chumaços foram colocados dentro de um jarro que é selado com uma tampa contendo um septo como um orifício de amostragem. Os chumaços foram dosados com 50 microlitros de uma solução de amônia a 0,6% através de uma seringa à prova de gás tendo uma agulha de comprimento suficiente para tocar a superfície do chumaço. Após um período de equilíbrio de 45 minutos, 1 qt de gás do espaço superior foi amostrado através do orifício usando uma bomba de mão calibrada e um tubo indicador de amônia (isto é, sistema de amostragem de tubo Drager), extraída a amostra através de um adaptador de agulha ligado ao tubo. Nas configurações preferidas da invenção a quantidade de amônia adsorvida pelo material lignocelulósico tratado é 50% mais alta, preferivelmente 60% mais alta e mais preferivelmente 80% mais alta que a quantidade de amônia adsorvida pelo mesmo ou substancialmente o mesmo material lignocelulósico antes do tratamento no processo desta invenção. Nas configurações de escolha, a quantidade de amônia absorvida é acima de 90% mais alta que a polpa não tratada.

[0028] A propriedade de inibição bacteriana do lignocelulósico tratado é determinada usando os organismos de teste *Corynebacterium ammoniagenes*, ATCC 6871 propagados em Meio de Uréia (I-144C) e desenvolvidos a 37 ± 2°C por 2-3 dias em um frasco de agitador e *Escherichia coli* ATCC 11229

propagada em Caldo de Soja Tríptico (I-053B) e desenvolvida a $37 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 18-24 horas em um frasco de agitador. Aos organismos foram atribuídos códigos únicos para prover a geração correta de dados. O Método E 2180-01 da ASTM foi usado para determinar a carga microbiana e redução percentual, redução de Log_{10} ou aumento de Log_{10} em números da substância de teste contra o(s) organismo(s) de teste modificado(s) como segue:

[0029] O disco de Petri estéril de 15 x 100 mm contendo a amostra (diâmetro de [50 mm] 2") será colocado dentro de um disco Petri maior contendo 10 ml de água para aumentar a umidade e evitar a secagem durante o período de exposição.

1) As amostras serão hidratadas, antes da inoculação com 0,5 ml da cultura de teste.

2) Nenhuma "Pasta de Agar" será usada.

3) As amostras serão mantidas a $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$ em uma câmara umidificada por períodos de exposição de 3 e 8 horas (± 10 minutos).

5) O neutralizador será volumes de 50 ml de Caldo de Soja Tríptico com 10% de Tween 80, 2% de Lecitina, e 0,5% de Tiosulfato de sódio, e 0,1% de Histidina, pH $7,2 \pm 0,1$ (I-148) em jarros estéreis de 2 onças.

6) Sonificar a amostra em neutralizador por 1 minuto seguido por turbilhonamento por 1 minuto antes de diluir.

7) Diluições seriadas serão preparadas para volumes de 10^{-5} a 9 ml de Tamponador Neutralizador Difco 2X. As diluições serão preparadas para 10^{-6} para o controle com eletrodeposição em duplicada pelo Método de Placa de Difusão usando Agar de uréia (I-145C) e Agar de Mac Conkey (I-090B). A amostra não diluída no neutralizador diluição de 10^0 [50 ml]) será

eletrorevestida espalhando 1 ml através de 3 placas.

8) A incubação será a $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 3 dias para Agar de uréia e a $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 18-24 horas para Agar de Mac Conkey.

9) A efetividade do neutralizador será conduzida concorrentemente com teste usando *E. coli* como o organismo de teste.

[0030] A validade dos resultados obtidos pelo procedimento acima depende de uma demonstração que a(s) substância(s) de teste, sob as condições do teste, não inibe(m) a multiplicação de organismos viáveis que podem estar presentes; e, que o meio usado para conduzir o estudo demonstra características apropriadas de promoção de neutralização e desenvolvimento. Para conduzir teste de efetividade do neutralizado para recuperação bacteriana, uma amostra de 2" de diâmetro de substância de teste será colocada em 50 ml de neutralizador (#6 acima) e sonificada seguida por turbilhonamento. Uma diluição do organismo de teste, para fornecer ~10-100 Unidades Formadoras de Colônias (UFC)/ml na concentração final de neutralizador será adicionada ao jarro e agitada intensamente. Um jarro de neutralizador sem substância de teste, similarmente inoculado, servirá como o controle positivo. Alíquotas duplicadas de 0,5 ml do jarro serão eletrorevestidas por difusão no Agar de Mac Conkey para as substâncias de teste e o controle positivo. Se o crescimento do organismo de teste nas placas contendo substância de teste, e o crescimento a partir do controle positivo forem comparáveis tanto em número quanto em desenvolvimento colonial, então o sistema neutralizador é considerado adequado. Seguindo a incubação, as placas serão contadas e registradas com UFC/ml. A

UFC/amostra será então calculada a partir desta figura. Reduções percentuais e reduções ou aumentos de Log_{10} nos números de microorganismos (ambos os tipos) por amostra, como comparadas com o "Controle", serão calculadas para cada período de exposição. A propriedade de inibição bacteriana é preferivelmente 40% mais alta que a polpa não tratada, mais preferivelmente 50% mais alta e o mais preferivelmente 60% mais alta.

[0031] Em certas configurações preferidas onde o material lignocelulósico é polpa preferivelmente polpa de madeira, o material lignocelulósico tratado desta invenção exibe boa melhoria de resistência a tração úmido. O nível exato de melhoria pode variar amplamente, e, em adição a ser afetado pelo nível de tratamento, também é dependente do tipo de suprimentos de fibra usados e do tipo de folhas produzidas para avaliação. Para os suprimentos de polpa não refinada, enquanto a resistência úmida do controle é extremamente baixa, a melhoria pode ser pelo menos cerca de 1,5 a 2 vezes mais alta, e preferivelmente pode ser pelo menos 3-5 vezes mais alta que o controle como medido pelo procedimento da Tappi T-456 om-03. Para folhas de mão, tais como para tecido e outras aplicações, o nível de melhoria pode variar, dependendo dos níveis de refinamento e prensagem úmida.

[0032] Em certas configurações preferidas, o material lignocelulósico tratado desta invenção exibe boa drenagem como medida pelo procedimento T 221 cm-99.

[0033] Em certas configurações preferidas, o material lignocelulósico tratado desta invenção contém metal ligado derivado do catalisador. O metal ligado é acreditado a ter um impacto benéfico na atividade bacteriana do material

lignocelulósico tratado. Como usado aqui, "ligado" significa que o elemento de metal que fica com a polpa e não é lavado para fora por operações de lavagem da polpa. A natureza da ligação de metal à polpa é sabida a estar relacionada com interações iônicas e formação de complexo com grupos funcionais de polpa tais como grupos carbonila ou carboxila como é reforçado pela presente invenção. A quantidade de metal ligado é determinada pelos métodos analíticos gerais, tais como o Método de Absorção Atômica-ICP e é preferivelmente pelo menos 10 ppm, preferivelmente de cerca de 20 ppm a cerca de 700 ppm, mais preferivelmente de cerca de 20 ppm a cerca de 150 ppm e o mais preferivelmente de cerca de 20 ppm a cerca de 100 ppm.

[0034] O material lignocelulósico tratado desta invenção pode ser submetido a um número de processos subseqüentes para modificar adicionalmente as propriedades do material. Por exemplo, o material lignocelulósico tratado pode ser subseqüentemente tratado com um agente catiônico que é acreditado a ligar os grupos funcionais redutores dos materiais tratados. O material catiônico útil pode variar amplamente e inclui polímeros contendo nitrogênio catiônico tais como poliaminas, hidrocloreto de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)-carbodiimida, brometo de hexadimetrina, polietilenoiminas (tanto lineares quanto ramificadas), copolímeros de cloreto de dialildimetil amônio (DADMAC), copolímeros de vinil pirrolidona (VP) com metacrilato de dietilaminoetila quaterizados (DEAMEMA), poliamidas, látex de poliuretano catiônico, álcool polivinílico catiônico, polialquilaminas, copolímeros de diciandiamida, polímeros de adição de amina glicigila, dicloretos de

poli[oxietileno(dimetilimino)etileno(dimetilimino)etileno)], polivinilamina de alta densidade de carga, polialilamina (PAH), poli(hidrocloreto de hexametileno biguanida) (isto é, PHMB), poliamidoamina (ou polietileimina); íons de metal catiônico, tais como sais de alumínio solúveis em água, sais de cálcio, e sais de zircônio; e estes íons ligados podem atuar como sítios ativos de complexação para calibração e outros produtos químicos de produção de papel; e dendrímeros catiônicos, tais como dendrímeros de poliamidoamina (PAMAM) com grupos de superfície amino, e dendrímeros de polipropilenimina com grupos de superfície amino. É acreditado que o tratamento com tais materiais catiônicos pode modificar as propriedades tais como aumentar o volume do papel o que é desejável para papel fino, papelão, tecido, toalha, e produtos absorventes, enquanto mantendo boa resistência e tendo valor de retenção de água diminuído (MRV) e liberdade aumentada.

[0035] Também, o material lignocelulósico tratado pode ser subsequenteiramente tratado com óxidos de metal micro- ou nanoparticulados tais como óxido de alumínio, óxido de titânio, óxido de zinco, ou sílica e serem retidos pelo material lignocelulósico tratado para modificar propriedades tais como características de corante, tintura ou fixação de clareador óptico, imprimibilidade e/ou de controle de odor do material lignocelulósico tratado. O material lignocelulósico tratado pode ser subsequenteiramente tratado com um material de reticulação como por exemplo uma bi- carbodiimida e/ou polycarbodiimida multifuncional, dispersável em água ou solúvel em água tal como 1,6-hexametileno bis(etilcarbodiimida); 1,8-octametileno

bis(etilcarbodiimida); 1,10 decametileno
 bis(etilcarbodiimida); 1,12 dodecametileno
 bis(etilcarbodiimida); PEG-bis(propil(etilcarbodiimida));
 2,2'-ditioetil bis(etilcarbodiimida); 1,1'-ditio-p-fenileno
 bis(etilcarbodiimida); e 1,1'-ditio-m-fenileno
 bis(etilcarbodiimida), durante a produção de papel ou
 formação de rede fibrosa. Os grupos bi- ou multifuncionais
 carbodiimida reagem com os grupos funcionais redutores do
 material, e reticulam e travam as fibras do material dentro
 do papel ou estrutura de rede de fibras.

[0036] O material lignocelulósico tratado desta invenção
 pode ser usado para propósitos convencionais *in situ* ou após
 isolamento usando técnicas de isolamento de produto
 convencionais. Por exemplo, o material lignocelulósico
 tratado desta invenção pode ser usado para produzir
 substratos ou tramas de papel ou papelão. Os métodos e
 aparelhos para preparar um substrato formado de fibras
 lignocelulósicas são bem conhecidos na técnica de papel e
 papelão. Veja por exemplo, "Handbook For Pulp & Paper
 Technologies" [Manual para tecnologias de polpa e papel], 2ª
 Edição, G.A. Smook, Angus Wilde Publications (1992) e
 referências citadas lá. Qualquer método e aparelho
 convencionais podem ser usados. Preferivelmente o processo
 compreende: a) prover uma suspensão aquosa de fibras
 lignocelulósicas; b) depositar o citado suprimento em um fio
 de formação de uma máquina de produção de papel para formar
 uma trama úmida de papel ou papelão; c) secar a trama úmida
 de papel ou papelão para obter trama seca de papel ou papelão
 e d) calandrar a trama seca de papel ou papelão. Em adição
 àquelas etapas de processo, etapas de processo adicionais

conhecidas por aqueles de experiência ordinária na técnica podem ser empregadas como por exemplo uma etapa de revestimento para revestir uma ou mais superfícies da trama seca de papel ou papelão com um revestimento compreendendo um ligante contendo pigmento dispersante ou tratar o papel ou papelão seco em uma prensa de calibração com um agente de calibração tal como amido.

[0037] Por exemplo os materiais podem ser artigos absorventes preparados usados como por exemplo fraldas, tecidos, toalhas, produtos de higiene pessoal usando processos convencionais. Tais produtos e seus métodos de fabricação são bem conhecidos por aqueles de experiência na técnica e não serão descritos em detalhes. Veja por exemplo, as patentes US n^{os} 6.063.982 e 5.766.159 e referências descritas nelas. As fibras de polpa de kraft tratada desta invenção podem ser usadas para produzir papel kraft de impregnação. O papel kraft de impregnação é uma folha de papel produzida a partir de polpa kraft não branqueada (mistura de principalmente madeira dura e alguma madeira macia tal como pinheiro do sul) que é usada como substrato para impregnação e cura com polímeros de resina. O papel kraft de impregnação é usado como material de construção de casas e escritórios, tal como revestimento de balcão de cozinha. Uma propriedade útil de papel kraft de impregnação é controlar a taxa de penetração do líquido (uma solução de resina de polímero) para dentro da folha, enquanto mantendo porosidade e densidade do papel. Toda a fibra de kraft de madeira dura na folha de impregnação pode ser substituída por madeira macia como por exemplo kraft de pinheiro do sul (kraft de pinheiro grau de placa de revestimento) tratado

pelo processo desta invenção para prover papel kraft de impregnação com boas propriedades de transporte de líquido. Embora nós não desejemos ser suportados por qualquer teoria, é acreditado que as camadas de carboidrato de hemiceluloses localizadas topoquimicamente localizadas sobre e dentro da fibra de kraft são oxidadas no processo desta invenção aumentando a absorção de líquido de resina para dentro da folha.

[0038] A presente invenção será descrita com referências aos exemplos seguintes. Os exemplos são intencionados a serem ilustrativos e a invenção não está limitada aos materiais, condições ou parâmetros de processo registrados nos exemplos.

Exemplo 1

[0039] Polpa de Kraft de Pinheiro do Sul branqueada foi tratada com peróxido de hidrogênio a 1% e sulfato ferroso a 0,03% aplicados sobre a polpa, em um pH 4 e uma temperatura de 75°C por 1 hora. A polpa tratada foi então lavada com água deionizada, e produzida em folhas de papel e secada. A viscosidade, número de cobre e número de carboxilas da polpa tratada foram determinados usando os procedimentos mencionados anteriormente. A viscosidade da polpa era 6,2 cps. O número de cobre da polpa era 4,5. O número de carboxilas da polpa foi 5,5 meq/100 g. A polpa também foi avaliada para determinar a quantidade de metal ligado. A amostra continha 43,4 ppm de Fe ligado na polpa, que não é lavado para fora por água. As propriedades de inibição bacteriana das polpas foram avaliadas usando o procedimento registrado aqui acima. Os resultados do teste de inibição bacteriana são mostrados na tabela 1 abaixo.

Tabela 1

	Redução% de <i>E-coli</i> , 8 horas vs. Polpa de controle não tratada	Redução% (<i>E.coli</i> + <i>Ammoniagenes</i>), 8 horas vs. Polpa de controle não tratada
Polpa tratada, peróxido a 1% e sulfato ferroso a 0,03%	38%	23%

Exemplo 2

[0040] Polpa de Kraft de Pinheiro do Sul branqueada foi tratada com peróxido de hidrogênio a 1% e sulfato de cobre a 0,03% aplicados sobre a polpa, em pH 4 e temperatura de 80°C por 1 hora. A viscosidade da polpa era 5,7. O número de cobre da polpa era 4,6. O número de carboxilas da polpa era 4,1 meq/100 g. A polpa tratada foi lavada com água deionizada, e produzida em folha de papel e secada. A amostra contém 90,8 ppm de Cu como ligado na polpa.

[0041] A polpa foi testada quanto às funções de controle de odor de amônia e controle bacteriano vs. a polpa não tratada como controle usando o procedimento descrito acima. Os resultados são mostrados abaixo na Tabela 2.

Tabela 2

	Teor de metal na polpa	Redução% de <i>E-coli</i> , 8 horas vs. polpa não tratada	Redução% (<i>E.coli</i> + <i>Ammoniagenes</i>), 8 horas vs. Polpa de controle não tratada
Polpa tratada, peróxido a 1%, sulfato de cobre a 0,03%	90,8 ppm Cu	58%	68%
Tratada com sulfato de cobre a 0,03% somente	93 ppm Cu	44%	17%

Exemplo 3

[0042] Polpa de Pinheiro do Sul branqueada foi tratada com cobre ou oxidação com peróxido de hidrogênio catalisada com ferro, em pH 4 e 80°C por 1 hora. A polpa tratada foi então lavada com água deionizada e produzida em folhas de polpa secas para fiberização por um moinho Kamas de escala de laboratório. Neste exemplo, peróxido a 1% e 2% foram usados, e a quantidade de catalisador também foi variada. As polpas foram testadas quanto a controle de odor de amônia usando o procedimento descrito acima. Os resultados são mostrados abaixo na Tabela 3.

[0043] Os resultados de controle de odor de amônia estão listados na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3

	Conc. de gás amônia no espaço superior, amostragem de 2 cursos	Redução% de NH ₃ vs. polpa não tratada	Conc. de gás amônia no espaço superior, amostragem de 5 cursos	Redução% de NH ₃ vs. polpa não tratada	ppm de traços de metal ligados à polpa na polpa
Controle de polpa não tratada	35,3 ppm NH ₃	—	73,5 ppm NH ₃	—	3 ppm Fe 11 ppm Cu
Tratada c/peróxido a 1%, sulfato de Cu a 0,02%	2,5 ppm NH ₃	93%	7,3 ppm NH ₃	90%	43 ppm Cu
Tratada c/peróxido a 1%, sulfato de Cu a 0,04%	2 ppm NH ₃	94%	4,7 ppm NH ₃	94%	65 ppm Cu
Tratada c/peróxido a 2%, sulfato de Cu a 0,02%	1 ppm NH ₃	97%	1,8 ppm NH ₃	98%	48 ppm Cu
Tratada c/peróxido a 2%, sulfato de Cu a 0,04%	0,7 ppm NH ₃	98%	1,7 ppm NH ₃	98%	55 ppm Cu
Tratada c/peróxido a 1%, sulfato de Fe a 0,03%	7,1 ppm NH ₃	80%	14,7 ppm NH ₃	80%	43 ppm Fe

Exemplo 4

[0044] Os experimentos foram conduzidos aplicando os metais a 80°C, pH 4 por 1 hora, com tanto doses baixas (como no exemplo 3) quanto doses muito altas dos metais aplicadas na ausência do agente oxidante. As polpas foram testadas quanto a controle de odor de amônia vs. polpa não tratada como controle usando o procedimento descrito acima. Os resultados são mostrados abaixo na Tabela 4.

Tabela 4

	Concentração de gás amônia no espaço superior	ppm de metal ligado à polpa na polpa
Controle de polpa não tratada	35 ppm NH ₃	3 ppm Fe
Tratada só c/sulfato de cobre a 0,03% por nosso processo - lavada (sem oxidantes)	16 ppm NH ₃	93 ppm Cu
Tratada só c/sulfato ferroso a 0,03% por nosso processo - lavada (sem oxidantes)	14,5 ppm NH ₃	109 ppm Fe
Tratada só c/sulfato de cobre a 0,3% por nosso processo - lavada (sem oxidantes)	5 ppm NH ₃	283 ppm Cu
Tratada só c/sulfato ferroso a 0,3% por nosso processo - lavada (sem oxidantes)	4 ppm NH ₃	635 ppm Fe

Exemplo 5

[0045] Os experimentos foram conduzidos aplicando os metais a 80°C, pH 4 por 1 hora. As viscosidades das polpas foram determinadas e as polpas foram testadas quanto a controle de odor de amônia vs. a polpa não tratada como controle usando o procedimento descrito acima. Os resultados são mostrados abaixo na Tabela 5.

Tabela 5

	Conc. de gás amônia no espaço superior	pH da polpa após a lavagem	Viscosidade da polpa
Controle de polpa não tratada	43 ppm NH ₃	pH 6,4	18 cp
Tratada com sulfato de Zn a 0,02%, com peróxido a 2%	41 ppm NH ₃	pH 6,3	16,7 cp
Tratada com sulfato de Zn a 0,02%, sulfato ferroso a 0,01% e peróxido a 2%	11 ppm NH ₃	pH 6,4	4,0 cp

Exemplo 6

[0046] Este exemplo é para demonstrar o benefício da resistência úmida de um tratamento de peróxido catalisado com metal, especialmente na faixa de pH preferida da presente invenção. Polpas de Kraft de pinheiro do sul branqueadas foram tratadas com peróxido de hidrogênio a 2% e 3% com sulfato ferroso a 0,03% a 80°C por 1 hora. A faixa de pH foi variada de pH 4 a pH 10 no fim da reação. Folhas de mão Tappi standard de 1,2 grama foram produzidas usando o procedimento da Tappi T 205 sp-02 e a resistência à tração seca, resistência ao cisalhamento seca e resistência à tração úmida foram determinadas usando os procedimentos da Tappi T 494 om-01, Tappi T414 pm-01 e Tappi T 456 pm-03, respectivamente. Os valores de resistência à tração úmida/seca foram calculados a partir dos valores determinados da resistência à tração seca, resistência ao cisalhamento seca e resistência à tração úmida. Os resultados são mostrados na Tabela 6 abaixo.

Tabela 6

	Polpa não trat. pH 6	peróxido a 2%, pH final 4	aplic. peróxido a 2%, cáustica a 0,2%, pH final 4,8	aplic. peróxido a 2%, cáustica a 0,6%, pH final 10,3	peróxido a 3%, pH final 4	peróxido a 3%, cáustica a 0,2%, pH final 4,7	peróxido a 3%, cáustica a 0,6%, pH final 10
Tração seca, lb/pol.	9,1	10,1	12,1	13,6	9	12,9	12,5
Cisalh., seca, g	125,5	89,7	154,3	155,1	95,3	156,3	152,
Tração úmida, lb/pol.	0,1	0,4	0,3	0,3	0,5	0,4	0,3
Tração, % seca / úmida	1,6	4,4	2,4	1,9	5,4	2,9	2,4

Exemplo 7

[0047] A secagem da polpa tratada diminuirá os grupos carboxila gerados sobre as fibras. Isto não seria relevante para as caixas integradas de papel/papelão ou para as polpas de felpas secas e caixas de conformação secas, onde a polpa tratada seria secada somente uma vez. Entretanto, teria um impacto nas caixas de papel ou tecido/toalha, onde a polpa tratada seca é comprada, e então re-molhada e produzida em produtos de papel novamente pelos processos úmidos e secada novamente. Os resultados da secagem sobre teores de carboxila da polpa são mostrados na Tabela 7 abaixo.

Tabela 7

	Carboxila, meq/100 g, polpa úmida	Carboxila, meq/100 g, polpa secada e re-umidecida
Polpa branqueada não tratada	3,3	3,7
Tratada com peróxido a 2%, sulfato ferroso a 0,03%, a pH 4, 80°C, por 1 hora	5,5	3,7

Exemplo 8

[0048] Polpa de kraft não branqueada foi usada para demonstrar a melhoria de resistência úmida em polpa marrom também. A polpa de kappa alto marrom foi tratada com peróxido a 2%, sulfato ferroso a 0,04% a pH 4 e 80°C por uma hora. A polpa tratada e o controle de polpa não tratada foram refinados por uma bateadeira Valley e produzidos em folhas de mão de 300 g/m², prensadas úmidas e secadas sobre um secador de leito plano. O efeito sobre a resistência úmida da folha é mostrado na Tabela 8 abaixo.

Tabela 8

	Liberdade da polpa	Tração úmida, lb/polegada
Controle de polpa não tratada	610 csf	4,8
Tratada com peróxido a 2%, sulfato ferroso a 0,04%	625 csf	10,9

Exemplo 9

[0049] Uma polpa de Kraft de Pinheiro do Sul, úmida, foi tratada com peróxido de hidrogênio a 1% em pH 4 com sulfato ferroso a 0,02% aplicado sobre a polpa. O tratamento foi feito na balança do moinho na planta de branqueamento a 80°C por 1 hora. Em outro tratamento feito no laboratório, peróxido a 3% foi usado com sulfato ferroso a 0,04% a 80°C por 2 horas. As polpas tratadas e a polpa de controle (produção), sem refinamento, foram testadas quanto aos grupos carbonila e carboxila. Os resultados são mostrados na tabela 9 seguinte.

Tabela 9

	Número de cobre	Carboxila (meq/100 g)
Polpa de controle	0,13	4,9
Polpa tratada no moinho com peróxido a 1%	4,0	5,5
Polpa tratada no laboratório com peróxido a 3%	6,9	7,6

[0050] Como mostrado na Tabela 9, polpa tratada com

peróxido a 1% tem um aumento em número de cobre (30 vezes mais alto) e em grupos carboxila (12% mais alto). Um tratamento intenso com peróxido ativado a 3% resultou em número de cobre 52 vezes mais alto e aumento de 55% em carboxila.

Exemplo 10

[0051] Polpa de Kraft de Pinheiro do Sul de Mercado secada em moinho foi re-polpada em pasta de polpa. Esta polpa foi tratada com peróxido de hidrogênio a 2% em pH 4 com sulfato ferroso a 0,04% a uma temperatura de 80°C por 1 hora. Os números de cobre da polpa tratada e não tratada foram determinados. Os resultados estão registrados na Tabela 10 seguinte.

Tabela 10

	Número de cobre	Carboxila (meq/100 g)
Polpa seca de controle	0,23	3,1
Polpa seca tratada	5,6	4,1

[0052] Os resultados registrados na Tabela 10 indicam que a polpa tratada tinha número de cobre 23 vezes mais alto, e um aumento de carboxila de 32% se comparada com o controle de polpa não tratada.

Exemplo 11

[0053] A pasta de polpa como no Exemplo 11 foi tratada com peróxido de hidrogênio a 1% com sulfato ferroso a 0,02%, em pH 4, 80°C por 1 hora. O número de cobre foi aumentado de 0,23 para 5,3. Tanto a polpa tratada quanto a polpa de controle foram adicionalmente tratadas com polivinilamina de alta densidade de carga e foram formadas em folhas de mão Tappi produzidas usando o procedimento da Tappi T 205 sp-02. O peso e calibre base das folhas de mão foram determinados pelos procedimentos da Tappi T 410 om-02 e Tappi T 411 om-05,

respectivamente e o volume das polpas de controle e tratadas foram calculados a partir do peso e calibre base. Os resultados estão registrados na Tabela 11 seguinte.

Tabela 11

	Polpa de controle	Polpa de controle + 0,2% polivinilamina	Polpa tratada	Polpa tratada + 0,2% polivinilamina
Volume espec., cm ³ /g	1,79	1,84	1,83	1,91

Exemplo 12

[0054] Uma polpa de Kraft de Pinheiro do Sul branqueada, úmida, foi tratada com peróxido de hidrogênio a 1% e sulfato ferroso a 0,02% em pH 4 por 1 hora a 80°C. Tanto a polpa tratada quanto a polpa de controle foram produzidas em folhas de mão Williams. As folhas de mão secas foram então enfelpadas em um moinho Kamas de escala de laboratório. A capacidade de absorção de líquido foi testada (método SCAN). Os resultados estão registrados na Tabela 12 seguinte.

Tabela 12

	Polpa de controle	Polpa tratada
Capacidade de absorção de líquido SCAN, g/g	8,9	9,6

[0055] A partir dos resultados mostrados na Tabela 12, está claro que a polpa tratada tem melhor capacidade de absorção de líquido que a polpa de controle. De fato, esta capacidade reforçada de absorção de líquido, combinada com a colapsabilidade reforçada de fibra de pinheiro do sul devido a nosso tratamento de peróxido ativado, torna esta polpa de pinheiro do sul bem valiosa em alguns produtos de higiene onde partículas superabsorventes (SAP) não são usadas.

Exemplo 13

[0056] "Polpa de Kraft Mercerizada" foi formada tratando polpa de kraft de pinheiro do sul com uma solução cáustica

(concentração de 10%) por 5 minutos a uma temperatura de 40°C. A "polpa mercerizada" estava com peróxido de hidrogênio a 1% na presença de sulfato ferroso a 0,02% em pH 4 a 80°C por 1 hora. A liberdade da polpa mercerizada tratada e não tratada foi avaliada pelo procedimento da Tappi T 227 om-99 e o comprimento médio de fibra de polpa mercerizada tratada e não tratada foi determinado por um Kajanni. A polpa mercerizada tratada e não tratada foi formada em folhas de mão Tappi usando o procedimento da Tappi T 205 sp-02 e o peso base e ligação interna das folhas de mão foram determinados pelos procedimentos da Tappi T 410 om-02 e Tappi T 569 om-00, respectivamente. O volume específico foi calculado a partir do calibre e peso base como descrito acima. Os resultados estão registrados na Tabela 13 seguinte.

Tabela 13

	Liberdade, CSF	Peso base, g/m ²	Vol. espec. cm ³ /g	Ligação interna, pé-libra/1000 pés ²	Comprimento médio da fibra, L (L), mm
Kraft de pinheiro do sul mercerizada	730	160,3	2,75	20	2,04
Mercerizada, pós tratada com peróxido ativado a 1%	740	154,8	3,55	19	1,9
Kraft de pinheiro do sul não tratada	740				2,53

Exemplo 14

[0057] Uma polpa de Kraft de Pinheiro do Sul deslignificada com oxigênio foi tratada com uma enzima de celulose (Multifect A40 de Genencor) em uma dose de 0,2% na polpa. Esta polpa tratada com enzima foi adicionalmente tratada com peróxido de hidrogênio a 1,5% com sulfato ferroso a 0,02% em pH 4 e temperatura de 80°C por 1 hora. A liberdade e comprimento médio da fibra de polpa mercerizada tratada e

não tratada foram determinados pelos procedimentos usados acima nos exemplos. As polpas tratada e não tratada foram formadas em uma trama fibrosa e a trama retalhada em felpas usando moinho de martelos de escala de laboratório Kamas. A energia de retalhamento de felpas determinada. Os resultados são mostrados na Tabela 14.

Tabela 14

	Liberdade, CSF	Comprimento FQA médio de fibra, L(L), mm	Energia de retalhamento de felpa, KJ/kg
Pinheiro do Sul não tratada	743	2,68	223
Tratada com enzima	740	2,6 2,13	-
Tratada com enzima, então pós tratada com peróxido ativado a 1,5%	740 607 470	2,61 1,26 1,07	201

Exemplo 15

[0058] Kraft de pinheiro do sul grau de placa de revestimento (kappa 110) teve tratamento de baixo custo com peróxido ativado a 2% com sulfato ferroso a 0,04% em pH 4 e 1 hora a uma temperatura de 80°C. A liberdade da polpa tratada foi determinada usando o procedimento descrito nos exemplos acima. Para propósitos de comparação a liberdade de uma mistura de 80% de madeira dura não tratada/20% de pinheiro do sul não tratada também foi avaliada. As folhas de mão Tappi formadas a partir de 100% de pinheiro do sul tratada e formada de uma mistura de 80% de madeira dura não tratada/20% de pinheiro do sul não tratada foram avaliadas para determinar Porosidade Gurley (Tappi T 536 om-02) e o PHST médio (Tappi T 530 om-02 com um líquido de resina fenólica), respectivamente. Os resultados estão registrados na Tabela 15 seguinte.

Tabela 15

	80% Madeira dura/ 20% Pinheiro	100% Pinheiro tratada
Liberdade, CSF	600	682 (comp. fibra 2,3 mm)
Densidade	11,9	12,5
Porosidade Gurley	22,1	22,9
PHST médio, segundos	60 por lado	29 por lado

[0059] Os dados na Tabela 15 mostram que a polpa de pinheiro do sul tratada pode ser usada para substituir toda a madeira dura de baixo rendimento em papel kraft de impregnação.

Exemplo 16

[0060] Uma polpa de Kraft de Pinheiro do Sul branqueada foi misturada com peróxido de hidrogênio a 2% com sulfato ferroso a 0,02% em pH 4, pH 7, e pH 12 respectivamente. As polpas em consistência de 1% estavam sob agitação constante a temperatura ambiente. Uma placa de quartzo foi colocada sobre o topo da pasta de polpa. Um dispositivo PS2 Ultravioleta de bancada (lâmpada de mercúrio de pressão média) foi usado para irradiar a pasta de polpa através da placa de quartzo. Quinze minutos de irradiação UV foram usados nestes tratamentos. Após irradiação UV, nenhum resíduo de peróxido foi detectado. A temperatura da polpa não foi aumentada pelo tratamento. A viscosidade da polpa foi 3,2 cp para pH 4, 3,9 cp para pH 7, e 10,6 cp para pH 10. A polpa tratada em pH 7 tinha um número de cobre de 6,2.

Exemplo 18

[0061] Uma polpa de Kraft de pinheiro do sul branqueada foi tratada com catalisadores de ferro, cobre, ou Fe/Cu combinados com peróxido de hidrogênio, em pH 4, e 80°C por 1,5 hora. A polpa tratada e a polpa de controle foram lavadas

para pH 6 e produzidas em folhas secas. As folhas secas foram então transformadas em felpas pelo moinho de martelos como descrito anteriormente e foram testadas quanto à adsorção de amônia. Os resultados da absorção de amônia são mostrados na seguinte Tabela 17 abaixo.

Tabela 17

	Viscosidade da polpa, cp	Conc. gás amônia no espaço superior	% de redução de amônia
Polpa de controle não tratada	21,4	300 ppm NH3	-
Tratada com peróxido a 1%, sulfato ferroso a 0,03%	4,5	50 ppm NH3	83%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato ferroso a 0,03%	3,9	26 ppm NH3	91%
Tratada com peróxido a 3%, sulfato ferroso a 0,04%	3,2	11 ppm NH3	96%
Tratada com peróxido a 1%, sulfato de cobre a 0,04%	9,7	130 ppm NH3	57%
Tratada com peróxido a 1%, sulfato de cobre a 0,04%	7,2	105 ppm NH3	64%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato de cobre a 0,04%	5,7	41 ppm NH3	86%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato de cobre a 0,04%	5,5	48 ppm NH3	84%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato de cobre a 0,02%	8,9	80 ppm NH3	73%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato de cobre a 0,02%	6,5	75 ppm NH3	74%
Tratada com peróxido a 2%, sulfato ferroso a 0,03%, sulfato de cobre a 0,02%	3,2	15 ppm NH3	95%

[0062] Finalmente, variações a partir dos exemplos dados aqui são possíveis em vista da divulgação acima. Portanto, embora a invenção tenha sido descrita com referência a certas configurações preferidas, será apreciado que outras composições podem ser previstas, as quais contudo estão dentro do escopo e espírito da invenção como definidos nas

reivindicações aqui anexas. A descrição anterior de várias e preferidas configurações da presente invenção foram fornecidas com propósitos de ilustração somente, e está entendido que numerosas modificações, variações e alterações podem ser produzidas à mesma sem se desviar do espírito e escopo da invenção como registrado nas reivindicações seguintes.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para tratar material lignocelulósico, caracterizado pelo fato de compreender tratar uma polpa de material lignocelulósico com 0,5 a 5% em peso do material lignocelulósico seco de um agente oxidante selecionado de um grupo consistindo de peróxido de hidrogênio, hipoclorito, ácido hipocloroso e qualquer combinação dos mesmos, na presença de 0,01 a 0,1 % em peso do material lignocelulósico seco de um catalisador de metal de transição a uma temperatura de 60°C a 90°C, a um pH de 2 a 6 e por um tempo de tratamento de 30 minutos a 4 horas, para formar um material lignocelulósico tratado tendo uma viscosidade igual a ou menor que 17 cps e tendo grupos funcionais redutores selecionados do grupo consistindo de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído nas posições C6 e C1, sendo que a quantidade de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído na posição C1 é maior que 75%.
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a quantidade de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído na posição C1 ser maior que 80%.
3. Processo, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de a quantidade de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído na posição C1 ser maior que 90%.
4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de a quantidade de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído na posição C1 ser maior que 95%.
5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico ser polpa de madeira.
6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de os citados grupos funcionais serem selecionados

do grupo consistindo de grupos funcionais aldeído, grupos funcionais hemiaceta ou uma combinação destes.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter um número de cobre igual a ou maior que 3.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter um número de cobre igual a ou maior que 4,4.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter um número de cobre igual a ou maior que 5.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter um número de cobre igual a ou maior que 5,5.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter uma viscosidade igual a ou menor que 15 cps.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter uma viscosidade igual a ou menor que 12 cps.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter uma viscosidade igual a ou menor que 10 cps.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter uma viscosidade de 1 a 10 cps.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o material lignocelulósico tratado ter uma viscosidade de 2 a 7 cps.

16. Material lignocelulósico tratado, obtido pelo processo

tal como definido na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de ter uma viscosidade igual a ou menor que 17 cps e ter grupos funcionais redutores selecionados do grupo consistindo de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído nas posições C6 e C1, sendo que a quantidade de grupos funcionais aldeído e tipo aldeído na posição C1 é maior que 75%.

17. Artigo de higiene pessoal, para absorver fluidos, empregando o material lignocelulósico tratado tal como definido na reivindicação 16, caracterizado pelo fato de o artigo compreender:

pelo menos uma camada de folha superior permeável a fluido e pelo menos uma camada de folha traseira substancialmente impermeável a fluido; e

um material de subcamada absorvente interposto entre a camada de folha superior e a camada de folha traseira, o material de subcamada compreendendo o material lignocelulósico tratado.

18. Método para produzir um composto absorvente útil para artigos de higiene pessoal empregando o material lignocelulósico tratado tal como definido na reivindicação 16, caracterizado pelo fato de compreender:

retalhar a seco o material lignocelulósico tratado para formar um material de subcamada absorvente compreendido de polpa de madeira tratada baseada em felpas;

prover pelo menos uma camada de folha superior permeável a fluido e pelo menos uma camada de folha traseira substancialmente impermeável a fluido; e

interpor o material de subcamada entre a camada de folha superior e a camada de folha traseira.

19. Processo para produzir papel ou papelão, empregando o material lignocelulósico tratado tal como definido na

reivindicação 16, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

- (a) formar um suprimento de matéria-prima aquosa de papel compreendendo polpa do material lignocelulósico tratado;
- (b) depositar o citado suprimento sobre um fio de formação de uma máquina de produção de papel para formar uma trama úmida de papel; e
- (c) secar a citada folha contínua de papel ou papelão úmida para formar um papel ou papelão seco.

20. Papel ou papelão compreendendo polpa, caracterizado pelo fato de a polpa ser o material lignocelulósico tal como definido na reivindicação 16.