

AS: 84.337

PETITORIO

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

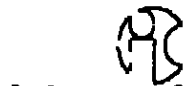
Indicación: 01018459 00000000

Folios: 6

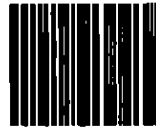
Fecha (MM/AA): 2001-02-01/11:44:00

Trámite: 002 PRIENTES D 1 RESOLUCION 411 MEDICAL

Dependencia: EN LA DIVISION DE NUEVOS CREACIONES



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA



01 18459

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
2000-3

①

SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad.

②

SOLICITANTE
(71)

Nombre: HERCULES INCORPORATED ✓

Dirección: AT 1313 N. Market, Street,
Hercules Plaza, Wilmington,
Teléfono: Delaware 19884-0001, Fax:

E-mail:

Domicilio: Estados Unidos de América ✓

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NT ☐C.E. ☐ Otro ☐

Número _____

③

REPRESENTANTE
O APODERADO
(74)

Nombre: RAMIRO CASTRO DUQUE ✓

Dirección: Cra 7 No. 16-56 Piso 9

Teléfono: 3-802200 Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NT ☐C.E. ☐ Otro ☐

Número 170.322 TP1003

④

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre: En Hoja Anexa (PDI 4) ✓

Dirección:

Teléfono: Fax:

E-mail:

Domicilio

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ Otro ☐C.E. ☐

Número _____

⑤

Título (54) CELULOSA MICROFIBRILAR ESTABILIZADA ✓

⑥

Clasificación Internacional (51) C08L 1/02

⑦

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

US

(32) Fecha

00-03-09 ✓

(31) Número de Solicitud

09/522,032 ✓

⑧

Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:

6 meses ☐12 meses ☐18 meses ☐Otro ☐

⑨

Comprobante de pago No. 7.141-6.854-7.110

Fecha Febrero, 2001

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

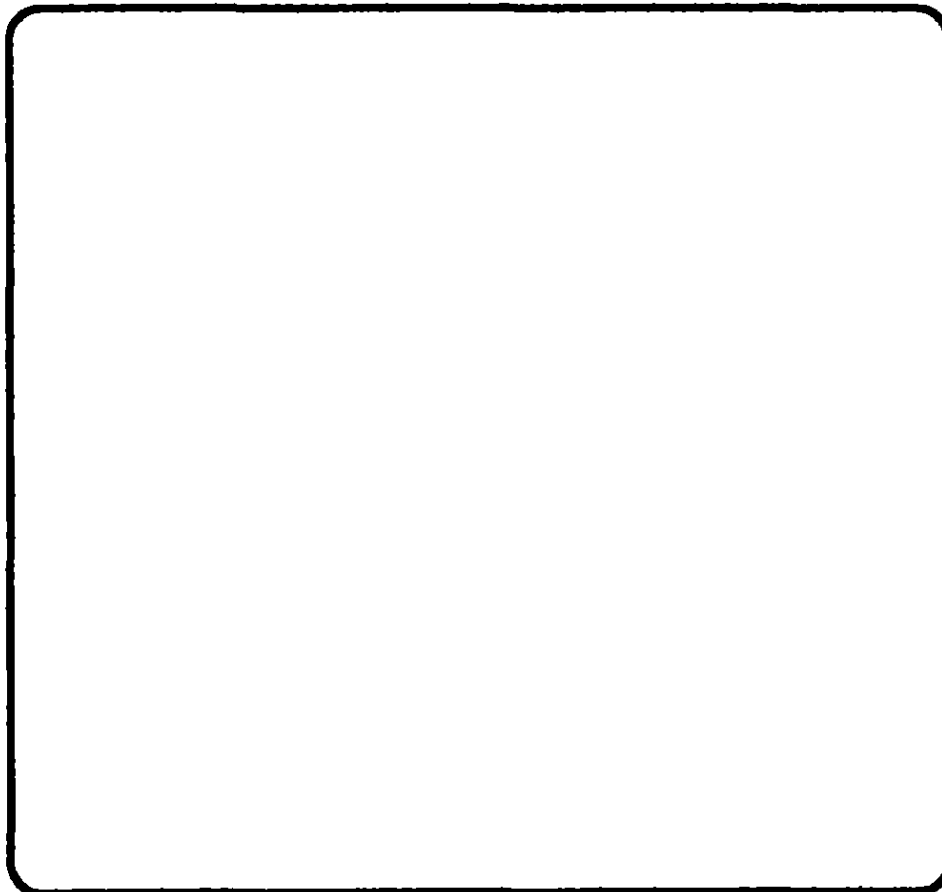
10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. \$105.280 y \$251.360
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☒ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad. \$100.000
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso. Protocolo No.2545
- ☐ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☐ Dibujos y/o planos necesarios
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☐ Arte final 12x12.

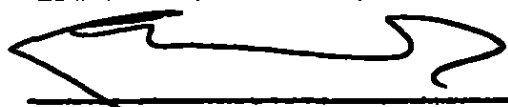
11

FIGURA CARACTERÍSTICA:



12

NOMBRE: RAMIRO CASTRO DUQUE

FIRMA: 
C.C. 170.322 de Btã T.P.1003 del C.S.J.

CPB/hsr. Marzo 07, 2001

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página.



RESUMEN DE LA INVENCION

Suministrar una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para contener un sustituyente que provee carga catiónica, se estabiliza electrostáticamente mediante grupos catiónicos y el método para producirla.



AS: 84.337 - INVENTORES

E.Mail:bricas@brigardycastro.com.co

1. Mary J. Cash
2837 Grubb Road,
Wilmington, Delaware 19810
Estados Unidos de América
2. Anita N. Chan
709 Ashford Road,
Sharpley, Wilmington,
Delaware 19803-2221
Estados Unidos de América
3. Herbert T. Conner
121 Glennann Drive
Landenberg, Pennsylvania 1950
Estados Unidos de América
4. Patrick J. Cowan
13 Bernard Blvd
Quail Ridge
Hockessin, Delaware 19707
Estados Unidos de América

5. Robert A. Gelman
507 Langwater Drive
Newark, Delaware 19711
Estados Unidos de América
6. Kate M. Lusvardi
7 Cardinal Lane
Chadds Ford, Pennsylvania 19317
Estados Unidos de América
7. Samuel A. Thompson
113 Glenside Avenue
Wilmington, Delaware 19808
Estados Unidos de América
8. Frank P. Tise
5907 Stone Pine Road
The Pines
Wilmington, Delaware 19808
Estados Unidos de América



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

NIT : 800176089-2

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Indicacion : 01018-09 00000000

Folios: 60

Fecha (Vicio) : 2001-02-07 11:44:03

Tramite : Ofc. PRESENTACION 1 REGISTRO 411 PRESENTACION

Dependencia: 2da DIVISION DE NUEVAS OPERACIONES

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 01 - 7,110
FECHA : FEBRERO 7 DE 2001

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
BRIGARD & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	2691918	07/02/2001	2,450,880.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50003-01-09 OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	105,280.00
	TOTAL :	\$ 105,280.

SON: CIENTO CINCO MIL DOSCIENTOS OCHENTA PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@slc.gov.co
www.slc.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia



0

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

NIT : 800176089-2

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Invocacion : 01010430 VAS00000

Folios: 06

Fecha (ANO): 2001-02-07 17:44:09

Tramite : 002 PATENTES D I REGISTRO/ 411 MARCAS
Dependencia: 2800 DIVISION DE MARCAS CREACIONESRECIBO OFICIAL DE CAJA : 01 - 7,141
FECHA : FEBRERO 7 DE 2001

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
BRIGARO & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	2691918	07/02/2001	2,450,880.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NI	100,000.00
	TOTAL :	\$ 100,000.00

SON: CIENTO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia



[Handwritten signature]

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

MIT : 800176089-2

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 01 - 6,854
FECHA : FEBRERO 7 DE 2001

Radicación : 01010450 00000000 Folios: 05
Fecha (Nro): 2001-02-07 17:41:09
Trámite : 002 PATENTES D I Modificación al Presente.
Dependencia: 2620 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

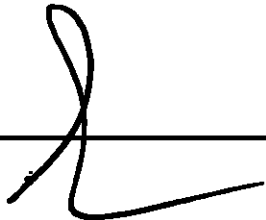
***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2264	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2265	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2266	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2262	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2267	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			79257	27/12/2000	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			2268	18/01/2001	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			72146	22/11/2000	608,000.00
BRIGARD & CASTRO LTDA	RECIBO DE CAJA			77993	20/12/2000	608,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	
		99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	251,360.00
		TOTAL :	251,360.00

SON: DOSCIENTOS CINCUENTA Y UNO MIL TRESCIENTOS SESENTA PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

Descripción

CELULOSA MICROFIBRILAR ESTABILIZADA

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a celulosa microfibrilar estabilizada. Más específicamente, la presente invención se relaciona con celulosa microfibrilar que se estabiliza electrostáticamente mediante grupos catiónicos.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los polisacáridos se encuentran a menudo en la naturaleza en formas con morfología fibrosa. Los polisacáridos que no se hallan en la naturaleza en forma fibrosa pueden transformarse frecuentemente en morfologías fibrosas con el empleo de técnicas de hilado de fibras. Si la morfología fibrosa es de origen natural o artificial, con frecuencia el polisacárido estará presente en una forma tal que las fibras puedan reducirse a sub-morfologías fibrilares y microfibrilares mediante la aplicación de energía.

Las celulosa fibrilar y microfibrilar obtenidas de esta manera se han considerado para empleo en aplicaciones, incluyendo el uso como aditivos a sistemas de base acuosa con el fin de afectar propiedades reológicas, tales como la viscosidad. El nivel de uso de estos materiales en sistemas acuosos es a menudo del orden de aproximadamente el 2% en peso, por debajo del cual estos materiales tienen una tendencia a ocupar escasamente volumen y a exhibir notorias inhomogeneidades en la distribución.

La celulosa microfibrilada y su manufactura se discuten en las Patentes de los Estados Unidos Nos. 4,500,546; 4,487,634; 4,483,743; 4,481,077; 4,481,076; 4,464,287; 4,452,722; 4,452,721; 4,378,381; 4,374,702; y 4,341,807 cuyas revelaciones se incorporan aquí por referencia a las mismas. Estos documentos, en parte, pretenden describir celulosa microfibrilada en suspensiones homogéneas, estables, caracterizadas como útiles en productos de uso final incluyendo alimentos, cosméticos, productos farmacéuticos, pinturas y lodos de perforación.

Las nanofibrilas de celulosa se caracterizan en WO 98/02486 (PCT/FR97/01290), WO 98/02487 (PCT/FR97/01291) y WO 98/02499

Folio 8 tarjeta propietario

9 2
(PCT/FR97/01297) cuyas revelaciones se incorporan aquí por referencia. Las nanofibrilas se caracterizan por tener diámetros en el rango de alrededor de 2 a alrededor de 10 nanómetros.

EP 845495 discute un particulado catiónico de celulosa que se caracteriza como insoluble, de carga positiva y de uso en el tratamiento de aguas, específicamente para tratar agua en una planta de manufactura de papel. En la fabricación de papel se afirma que este particulado catiónico elimina la basura aniónica del agua. Las partículas se obtienen por molido, el cual se establece para reducir uniformemente el tamaño de la partícula de manera que las partículas sean típicamente redondas como se describe por una relación longitud/diámetro de aproximadamente 1. El tamaño de la partícula se fija en 0.001 mm (es decir, 1 μm) y, preferiblemente, 0.01 mm (10 μm).

EP 859011 ("EP '011") se dirige a un proceso para obtener microfibrilas de celulosa catiónica o sus derivados solubles. El proceso se describe incluyendo elaborar un derivado de celulosa catiónica y procesar el derivado a través de un homogeneizador de alta presión para formar geles transparentes. El producto puede deshidratarse y re-hidratarse. Se han comunicado mediciones de viscosidad en el producto en una concentración del 2% en agua. EP '011 indica que el grado de sustitución ("DS", degree of substitution) de la celulosa puede variar desde 0.1 a 0.7, con un DS entre 0.2 y 0.3 y 0.6, y 0.5 y 0.6 caracterizado por representar grados crecientes de preferencia. Los ejemplos muestran que celulosa con un DS que varía desde un rango bajo de 0.24 hasta 0.72. Se comunica que ocurre gelación por encima de una concentración de microfibrilas de 10 g/L, o por encima del 1%, en agua. EP '011 define la gelación como el fenómeno que ocurre cuando $G' > G''$, en donde G' es el módulo de almacenamiento dinámico y G'' es el módulo de pérdida dinámico.

Se comunica por H. Yokata, J. Polymer Sci., Part C: Polymer Letters, 24:423-425 (1986) que la quitosana microfibrilada forma hojas uniplanares, orientadas al momento del secamiento. Este artículo menciona que a un nivel de 4% de quitosana en agua, se forma un gel que tiene una viscosidad

10
X

de 26,000 cps (Brookfield, 20°C, rotor #7, 10 rpm). La quitosana microfibrilada se elabora por homogeneización de hojuelas de quitosana comercial en un homogeneizador de Gaulin. La quitosana comercial se deacetila utilizando hidróxido de sodio.

JP 59 [1984]-84938 discute un método para producir una suspensión de quitosana. Quitosana comercial separada y purificada de cangrejos y langostas se pulveriza en pedazos que tengan una longitud máxima de aproximadamente 1-2 mm. Seguidamente los pedazos se suspenden en agua con hasta un 15% de quitosana, y se corren en múltiples pasadas por un homogeneizador de alta presión a entre 3,000 y 8,000 psi.

Sería deseable obtener celulosa microfibrilar capaz de formar una gel con concentraciones de 1% o menos, brindando así economía y facilidad de formulación, suministrando al mismo tiempo un comportamiento reológico necesario y homogeneidad de distribución.

Adicionalmente, existe una necesidad permanente en la industria para mejorar la estabilidad de las emulsiones comerciales, tales como las emulsiones de encolado de papel. En la actualidad, un método para estabilizar dichas emulsiones consiste en la adición de materiales cargados, tales como almidones catiónicos, los cuales pueden agregarse en cantidades equivalentes a 10-20% en peso del componente de encolado. La interacción con componentes aniónicos, tales como sulfonatos, puede mejorar también la estabilidad. Sin embargo, la falla de la emulsión persiste aún en dichas emulsiones, bien sea por separación debida a la acción de la densidad, también conocida como afloramiento "*creaming*", o bien por gelación. Por consiguiente, sería deseable desarrollar un material que pudiera agregarse a emulsiones para proporcionarles una estabilidad a largo plazo.

SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención se dirige a una celulosa microfibrilar derivada que se deriva para incluir un sustituyente que proporciona carga catiónica y sea capaz de formar un gel en agua en una concentración menor que 1%. La celulosa usada para preparar la celulosa microfibrilar derivada puede

obtenerse de cualquier fuente apropiada, incluyendo pero sin limitación pulpas químicas, pulpas mecánicas, pulpas termomecánicas, pulpas químicas termomecánicas, fibras recicladas, papel periódico, algodón, vainas de soya, vainas de fríjol, farfollas de maíz, lino, cáñamo, yute, kenaf, cáñamo de manila, cáñamo de sisal, bagazo, maíz, trigo, bambú, velonia, bacteria, algas, hongos, celulosa microcristalina, vegetales y frutas. La celulosa se obtiene preferiblemente de pulpas de madera purificadas, opcionalmente blanqueadas, producidas a partir de procesos de pulpeo al sulfito, al sulfato o al sulfato pre-hidrolizado; borra de algodón purificada; frutas; o vegetales.

El sustituyente que proporciona la carga catiónica a la celulosa microfibrilar derivada puede ser, o incluir, amina. Se prefiere en especial una amina cuaternaria.

La celulosa microfibrilar derivada puede formar un gel en agua en todo un rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 100%, o en todo el rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 50%, en agua. Más aún, la celulosa microfibrilar derivada puede formar un gel en una concentración de menos de alrededor de 1% en agua y, preferiblemente, forma un gel en por lo menos un punto en el rango de concentración de desde alrededor de 0.05% hasta alrededor de 0.99% en agua.

La celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede incluir un solvente en el cual la celulosa microfibrilar derivada es sustancialmente insoluble. Solventes apropiados incluyen agua, alcohol o aceite, siendo el agua el preferido.

La celulosa microfibrilar derivada puede tener un grado de sustitución de menos de alrededor de 0.5, o de menos de alrededor de 0.35, o de menos de alrededor de 0.2, o de menos de alrededor de 0.18, o de menos de alrededor de 1.15. Preferiblemente el grado de sustitución se encuentra entre alrededor de 0.02 y alrededor de 0.5 y, más preferiblemente, entre alrededor de 0.05 y alrededor de 0.2.

12 y

Una incorporación particularmente preferida de la presente invención es 2-hidroxi-3-(trimetilamonio cloruro)-propilcelulosa microfibrilar con un grado de sustitución de menos de alrededor de 2.0, preferiblemente de menos de alrededor de 0.35, más preferiblemente de entre alrededor de 0.02 y alrededor de 0.20 y, muy preferiblemente, entre alrededor de 0.1 y alrededor de 0.2.

La celulosa microfibrilar derivada puede formar parte de una composición comestible de materia, incluyendo pero sin limitación una mayonesa baja en grasa, con contenido reducido de grasa o libre de grasa, un aderezo para ensalada. Cuando forma parte de una composición comestible de materia, la celulosa microfibrilar derivada puede incluir un ingrediente de acción farmacéutica y puede proveer parcialmente la liberación controlada, sostenida o retrasada del ingrediente de acción farmacéutica.

Alternativamente, la celulosa microfibrilar derivada puede formar parte de una composición no comestible de materia tal como, a manera de ejemplo no limitante, un producto para cuidado de una herida. Productos apropiados para cuidado de heridas incluyen, sin limitación, apósitos de heridas y anillos de ostomía. En otra incorporación, la composición no comestible de materia puede ser una loción o crema para el cuidado de la piel, una loción o crema de filtro solar, o una composición para higiene oral, tal como una pasta dental.

Igualmente la composición no comestible de materia puede ser incluir una composición agrícola, tal como un fertilizante, herbicida, funguicida o plaguicida. La celulosa microfibrilar derivada puede proveer al menos parcialmente la liberación controlada, sostenida o retrasada del fertilizante, herbicida, o plaguicida.

En una incorporación alternativa, la composición no comestible de materia puede ser un lodo de perforación.

En otra incorporación, la presente invención se dirige a una composición para papel que contiene la celulosa microfibrilar derivada descrita aquí.

Asimismo la presente invención incluye un método para producir la celulosa microfibrilar derivada descrita aquí, el cual comprende por lo menos uno de los siguientes pasos:

- (a) un paso de derivación en el tratamiento de una celulosa microfibrilar para obtener una celulosa microfibrilar derivada;
- (b) un paso de microfibrilación en el tratamiento de una celulosa no-microfibrilar derivada para producir una celulosa microfibrilar derivada; o,
- (c) microfibrilación y derivación de una celulosa no-microfibrilar en forma sustancialmente simultánea.

En el método indicado, la celulosa microfibrilar derivada se deriva para incluir un sustituyente tal que contenga carga catiónica, como por ejemplo mediante la presencia de grupos amina. Preferiblemente el paso de derivación comprende una celulosa con un reactivo de amina cuaternaria, de modo que la celulosa microfibrilar derivada incluya celulosa funcionalizada con amina cuaternaria.

El paso de derivación del método mencionado puede incluir poner en contacto una celulosa no-microfibrilar con un agente de hinchamiento. Este contacto puede darse bajo condiciones alcalinas, y el agente de hinchamiento puede ser un reactivo aniónico. Más aún, las condiciones alcalinas pueden incluir contactar la celulosa con el reactivo aniónico en presencia de un reactivo alcalino con por lo menos uno de hidróxido de sodio, un óxido o hidróxido de un metal alcalino o alcalinotérreo, un silicato alcalino, un aluminato alcalino, un carbonato alcalino, una amina, hidróxido de amonio, hidróxido de tetrametil amonio, o combinaciones de los mismos. El paso de derivación puede tener también lugar con sólidos altos.

En un método preferido, la celulosa microfibrilar derivada se obtiene:

- (a) derivando la celulosa con cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trimetilamonio bajo condiciones alcalinas para producir 2-hidroxi-3-(trimetilamonio cloruro)-propilcelulosa;

14/5

- (b) suspendiendo la 2-hidroxi-3-(trimetilamonio cloruro)-propilcelulosa en agua para formar una suspensión; y
- (c) homogeneizando la suspensión para producir 2-hidroxi-3-(trimetilamonio cloruro)-propilcelulosa microfibrilada.

El paso de microfibrilización del método ya mencionado puede incluir aplicarle energía a la celulosa bajo condiciones suficientes para producir celulosa microfibrilar, y la celulosa puede tratarse con enzima antes de microfibrilarla. Puede emplearse cualquier enfoque apropiado para aplicar energía suficiente a la celulosa para obtener celulosa microfibrilar, incluyendo sin limitación uno o más de homogeneización, bombeo, mezclado, calor, explosión de vapor, ciclo de presurización-despresurización, impacto, triturado, ultrasonido, explosión de microonda y molido. Se prefiere el uso de un homogeneizador, y las condiciones preferidas de homogeneización incluyen pasar la celulosa no-microfibrilar a través de un diferencial de presión de por lo menos alrededor de 3,000 psi y, más preferiblemente, pasar la celulosa no-microfibrilar a través del homogeneizador tres veces como mínimo.

Preferiblemente, la celulosa microfibrilar derivada obtenida mediante los métodos ya indicados forma un gel en todo un rango de concentración de desde alrededor de 0.01% a alrededor de 100% en agua y, más preferiblemente, en todo un rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 50% en agua. Alternativamente, la celulosa microfibrilar derivada debería formar un gel en por lo menos un punto en el rango de concentración de desde alrededor de 0.05% a alrededor de 0.99% en agua. En una incorporación particularmente preferida, la celulosa microfibrilar derivada forma un gel en una concentración de alrededor de 0.9% en agua.

La presente invención se extiende a celulosa microfibrilar derivada producida por el método definido anteriormente, inclusive las variaciones descritas del método.

En aún otra incorporación, la presente invención incluye un método de modificar las propiedades reológicas de una composición de materia

15
X

incorporando la celulosa microfibrilar derivada en la composición de materia, la cual puede ser un líquido, tal como agua. La celulosa microfibrilar derivada puede emplearse en una cantidad que sea efectiva para proporcionar control de escala y/o control de corrosión. Alternativamente, la celulosa microfibrilar derivada puede utilizarse para modificar una o más de la viscosidad, estabilidad de la suspensión, insensibilidad del gel a la temperatura, gelación reversible de corte, esfuerzo de cedencia, y retención de líquido de la composición de materia. Las composiciones cuyas propiedades reológicas pueden modificarse en esta forma incluyen alimentos, productos farmacéuticos, productos neutraceuticos, productos para la higiene personal, fibras, papeles, pinturas, recubrimientos y composiciones para construcción. Más específicamente, composiciones posibles incluyen productos de higiene oral; cremas y lociones para aplicación epidérmica, incluyendo humectación, para la noche, anti-edad, o cremas de filtro solar o lociones; alimentos para untar incluyendo alimentos para untar con contenido reducido de grasa, bajos en grasa o libres de grasa (por ejemplo, mayonesa); y fluidos para perforación.

Alternativamente, la celulosa microfibrilar derivada puede incorporarse en una composición de recubrimiento con el fin de mejorar sus propiedades físicas y/o mecánicas. Esas propiedades pueden incluir una o más de formación de película, nivelación, resistencia al corrimiento, fuerza, durabilidad, dispersión, inundación, flotación y salpicadura.

La celulosa microfibrilar derivada puede incorporarse además en la manufactura de papel y productos de papel con el fin de mejorar por lo menos uno de encolado, resistencia, control de escala, drenado, eliminación de agua, retención, clarificación, formación, absorbancia, formación de película, formación de membrana y complexación de polielectrolito durante la manufactura. Para uso en este método se prefiere particularmente celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria.

En una incorporación de este método, la celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria puede usarse para incrementar la velocidad de drenado y/o eliminación de agua durante la fabricación de

76
2

papel. En otra incorporación, la celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria puede emplearse para retención de partículas orgánicas y/o inorgánicas dispersadas en una hoja de papel durante su manufactura. Partículas dispersadas representativas que pueden retenerse de esta forma incluyen finos de pulpa, rellenos, agentes encolantes, pigmentos, arcillas, materiales particulados orgánicos dafinos, materiales particulados inorgánicos dafinos, y combinaciones de los mismos. En todavía otra incorporación, la celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria puede utilizarse en una máquina de papel para mejorar la uniformidad de formación de una hoja de papel durante su manufactura. Adicionalmente, la celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria puede usarse en una máquina de papel para mejorar la resistencia de una hoja de papel producida en una máquina de papel.

En cada una de las incorporaciones descritas en el párrafo anterior, la celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria puede utilizarse en presencia de uno o más de los siguientes: sílice coloidal; sílice coloidal modificado con aluminio; arcilla coloidal, derivados de almidón que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; derivados de goma de guar que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; gomas naturales o gomas naturales derivadas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; poliacrilamidas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; y combinaciones de los mismos.

La celulosa microfibrilar derivada puede usarse además en un método para mejorar la estabilidad de una emulsión, dispersión, o sistema de espuma, mediante la inclusión de la celulosa microfibrilar derivada en el sistema. Donde el sistema que se está tratando es una emulsión, la emulsión puede producirse procesando una formulación de emulsión, caso en el cual la celulosa microfibrilar derivada puede agregarse a la formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento de la formulación de emulsión. En una variación, una celulosa derivada no microfibrilada se agrega a la formulación de emulsión antes de la conclusión del procesamiento, y a renglón seguido se procesa la

formulación de emulsión bajo condiciones suficientes para microfibrilar la celulosa derivada no microfibrilada. En otra variación, una celulosa microfibrilada no derivada se añade a la formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento, y seguidamente se procesa la formulación de emulsión bajo condiciones suficientes para derivar la celulosa microfibrilada no derivada. En todavía una tercera variación, una celulosa no microfibrilada, no derivada se agrega a la formulación de emulsión antes de la conclusión del procesamiento, y la formulación de emulsión se procesa adicionalmente bajo condiciones suficientes para microfibrilar y derivar la celulosa no microfibrilada, no derivada.

Sistemas de emulsión que pueden tratarse de esta manera incluyen emulsiones agua-en-aceite y aceite-en-agua. La presente invención abarca el sistema producido por el método ya descrito.

En todavía otra incorporación, la presente invención se extiende a un sistema que comprende una emulsión, dispersión o espuma que contiene una celulosa microfibrilar derivada.

En otra incorporación, la presente invención incluye un complejo de polielectrolito que contiene la celulosa microfibrilar derivada.

La celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede usarse también en un método para tratar agua residual, que incluye el paso de agregarle al agua residual una cantidad de la celulosa microfibrilar derivada suficiente para tratar el agua residual. Los materiales que se están tratando por este método en el agua residual pueden incluir, únicamente a modo de ejemplo no limitante, contaminantes aniónicos y cuerpos de color.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Fig. 1 muestra los espectros mecánicos dinámicos de la Muestra 1 de la Tabla 4.

Fig. 2 muestra los espectros mecánicos dinámicos de la Muestra 2 de la Tabla 4.

Fig. 3 muestra los espectros mecánicos dinámicos de la Muestra 3 de la Tabla 4.

Fig. 4 muestra los espectros mecánicos dinámicos de la Muestra 4 de la Tabla 4.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención comprende celulosa microfibrilar estabilizada. Fuentes de celulosa para uso en esta invención incluyen lo siguiente: (a) fibras de madera, tales como las de pulpas químicas, pulpas termomecánicas, pulpas químicas termomecánicas, fibras recicladas, papel periódico; (b) fibras de semillas, tales como las de algodón; (c) fibra de vainas de semillas, tales como las de vainas de soya, vainas de frijol, farfollas de maíz; (d) fibras bastas, tales como las de lino, cáñamo, yute, ramio, kenaf; (e) fibras de hojas, tales como las de cáñamo de manila, cáñamo de sisal; (f) fibras de tallos o paja, tales como las de bagazo, maíz, trigo; (g) fibras de pasto, tales como las de bambú; (h) fibras de celulosa de algas, tales como velonia; (i) bacterias u hongos; y (j) células parenquimales, tales como las de vegetales y frutas, y en particular remolachas, y frutas cítricas tales como limones, limas, naranjas, toronjas. También pueden emplearse formas microcristalinas de estos materiales de celulosa. La celulosa puede emplearse en su estado actual, o puede hacerse uso de hilado para generar o mejorar la estructura fibrosa. Fuentes preferidas de celulosa son (1) pulpas de madera purificadas, opcionalmente blanqueadas, producidas a partir de procesos de pulpeo al sulfito, kraft (sulfato) o kraft prehidrolizados; (2) borra de algodón purificada; y (3) frutas y vegetales, en particular remolachas y frutas cítricas. La fuente de celulosa no es limitante, y puede usarse cualquier fuente, incluyendo celulosa sintética y análogos de celulosa.

La celulosa se encuentra en la naturaleza en varios niveles jerárquicos de organización y orientación. Las fibras de celulosa comprenden una estructura de pared secundaria estratificada dentro de la cual se encuentran dispuestas macrofibrilas. Las macrofibrilas comprenden múltiples microfibrilas las cuales incluyen, a su vez, moléculas de celulosa dispuestas en regiones cristalinas y amorfas. Las microfibrilas de celulosa varían en

19
20

un diámetro desde alrededor de 5 a alrededor de 100 nanómetros para diferentes especies de planta, y se sitúan muy típicamente en el rango de desde alrededor de 25 a alrededor de 35 nanómetros de diámetro. Las microfibrilas se encuentran presentes en haces que corren paralelos dentro de una matriz de hemicelulosas amorfas (específicamente xiloglucanas). Las microfibrilas se hallan separadas en una distancia aproximada de 3-4 nm con el espacio ocupado por los compuestos de matriz enumerados anteriormente. El arreglo específico y la posición de los materiales de matriz y la forma en que interactúan con las microfibrilas de celulosa no se conocen aún completamente. Más antecedentes acerca de la estructura, funciones y biogénesis de la celulosa nativa pueden encontrarse en Haigler, C.H., Cellular Chemistry and Its Applications (Química Celular y Sus Aplicaciones), Nevell, páginas 30-83 (1985), cuya totalidad se incorpora aquí por referencia.

Para efectos de la presente invención las microfibrilas se refieren a subestructuras de diámetro pequeño, elevada relación longitud-a-diámetro, las cuales son comparables en dimensiones a las de las microfibrilas celulosa presentes en la naturaleza. A manera de ejemplo no limitante, las microfibrilas de celulosa pueden tener diámetros en el rango de alrededor de 5 a alrededor de 100 nanómetros, combinadas con longitudes que proporcionan elevadas relaciones de aspecto, tales como superiores a 100, superiores a 500, o superiores a 1,000. Aunque la presente especificación y reivindicaciones se refieren a microfibrilas y microfibrilación, la órbita de la presente invención incluye también nanofibrilas, y la modificación de reología, estabilización, y otras propiedades que pueden obtenerse con microfibrilas mediante la puesta en práctica de la presente invención es posibles lograrlas también usando nanofibrilas, bien sea solas o en combinación con microfibrilas.

La celulosa microfibrilar derivada de la presente invención se caracteriza por estar en forma microfibrilar, y por la presencia de sustituyentes catiónicos que proveen funcionalidad electroestática. La cantidad de sustituyente presente cuantificarse por el grado de sustitución, o

20
X

DS. El grado de sustitución, el cual variará con el peso molecular de la celulosa, es el número medio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de anhidroglucosa, mientras que la sustitución molar es el número medio de grupos sustituyentes añadidos por unidad de anhidroglucosa. El DS determina la solubilidad de la celulosa derivada, y puede ajustarse fácilmente para obtener una celulosa derivada que sea sustancialmente insoluble en el ambiente de uso, acuoso o no acuoso. Aunque frecuentemente el ambiente de uso será acuoso, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención tiene utilidad en aplicaciones con otros solventes o vehículos líquidos, tales como pinturas, recubrimiento, lacas, alimentos ricos en aceite, tintas (incluyendo pero sin limitación a tintas para chorro de tinta), y emulsiones agua-en-aceite.

Para obtener la celulosa microfibrilar derivada puede usarse cualquier método apropiado. En particular, los pasos de microfibrilación y derivación para impartirle funcionalidad electrostática a la celulosa pueden llevarse a cabo en forma separada o combinados para llegar al resultado final. Por consiguiente, un material inicial de celulosa no-microfibrilar puede derivarse con grupos catiónicos y microfibrilarse a continuación, o puede primero microfibrilarse y, a renglón seguido, derivarse. Alternativamente, si el material inicial es celulosa microfibrilar, sólo sería necesario el paso de derivación, mientras que si el material inicial es una celulosa que ya se ha derivado adecuadamente con grupos catiónicos, únicamente se requiere el paso de microfibrilación.

El grado de sustitución de la celulosa debería ser lo suficientemente bajo de manera que la celulosa microfibrilar derivada sea sustancialmente insoluble en el solvente o vehículo que se halla presente en el ambiente previsto de uso. En muchas aplicaciones el solvente o vehículo será agua, y en dichas aplicaciones el grado de sustitución debería ser tal que la celulosa microfibrilar derivada sea sustancialmente insoluble en agua. Sin embargo, en otras aplicaciones puede emplearse un solvente polar o vehículo (tal como un alcohol) que tenga características diferentes de solubilidad, o un solvente no polar o vehículo (tal como un aceite), y en tales casos el grado

21
28
17

de sustitución debería ajustarse para obtener una celulosa microfibrilar derivada que sea sustancialmente insoluble en el solvente o vehículo utilizado en las aplicaciones de interés, el cual, para fines de conveniencia, se denominará en adelante el "solvente de uso". Funcionalmente, la celulosa microfibrilar derivada debería ser lo suficientemente insoluble en el ambiente de uso para brindar las propiedades deseadas de la aplicación prevista.

La presencia de material sustancialmente insoluble puede confirmarse mediante observación de una suspensión del 1-5% del material en cuestión en el solvente o vehículo de uso bajo un microscopio de luz con amplificación suficiente para ver material insoluble. Puede hacerse una determinación del tamaño preparando una suspensión del material bajo consideración a aproximadamente 0.1-0.01% en un no-solvente líquido que sea efectivo en dispersar microfibrilas. Esta suspensión se seca entonces sobre una retícula de un microscopio electrónico de transmisión (TEM, transmisión electron microscope); la muestra se recubre para protegerla de daño ocasionado por el haz de electrones, y se examina con suficiente amplificación y foco para observar la estructura en el rango de 1-1000 nanómetros. Si se encuentran presentes elementos microfibrilares éstos pueden detectarse bajo estas condiciones, y la combinación de insolubilidad bajo el microscopio de luz y la estructura microfibrilar bajo el TEM indicarán la presencia de material microfibrilar sustancialmente insoluble.

Para efectos de sencillez, a menos que se indique específicamente lo contrario el término "sustituyentes" se empleará aquí para significar especies químicas que proporcionan funcionalidad electrostática a la celulosa a través de carga catiónica. Además, "electrostática" significa carga catiónica. "Derivación" se refiere no sólo a reacciones químicas que tienen como resultado enlaces covalentes, sino también a cualquier proceso mediante el cual los sustituyentes se asocian suficientemente con la celulosa para proporcionar las ventajas reológicas y demás de la presente invención, y pueden incluir, por ejemplo, adsorción. No obstante, "derivada" no incluye la presencia mínima, de ocurrencia natural, de grupos que sólo

proporcionarían la funcionalidad electrostática requerida por la presente invención en concentraciones mayores que las halladas en la naturaleza.

La secuencia de pasos usados para llegar a la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención no son críticos. En consecuencia, el material inicial utilizado para elaborar la celulosa microfibrilar derivada puede estar en forma microfibrilar o no-microfibrilar. Análogamente, el material inicial puede estar ya derivado con sustituyentes electrónicos, o no. Si el material inicial es no-microfibrilar, pueden situarse sustituyentes en la celulosa, seguidos por microfibrilación, o la microfibrilación puede llevarse a cabo primero, seguida por la posición de los sustituyentes en las monofibrilas resultantes. Es también aceptable procesar la celulosa en fibrilas, poner los sustituyentes en las fibrilas y, a continuación, procesar las fibrilas en microfibrilas. Igualmente, puede procesarse en forma microfibrilar cualquier forma no-microfibrilar de celulosa, que contenga ya dichos sustituyentes. Más aún, la derivación y la microfibrilación puede realizarse en forma simultánea.

Se entenderá que la mayor parte, si no toda, la celulosa contendrá cierta cantidad de ambas estructuras microfibrilar y no-microfibrilar, tanto antes como después del procesamiento, y que la relación entre las dos estructuras puede variar desde celulosa que es microfibrilar sustancialmente en su totalidad, hasta celulosa que es no-microfibrilar sustancialmente en su totalidad. Tal como se emplean aquí, los términos "microfibrilar" "microfibrilada", y similares, incluyen celulosas que son microfibriladas sustancialmente en su totalidad, y aquellas que pueden ser microfibriladas sustancialmente en su totalidad, pero que contienen al mismo tiempo cantidades significativas de estructura no-microfibrilar, con la condición que la celulosa esté suficientemente microfibrilada para conferir los beneficios proporcionados por la presente invención.

Se prefieren los procesos que minimizan la energía necesaria para producir microfibrilas a partir de material inicial no-microfibrilar, y/o que reducen la cantidad de agua extraída durante el proceso o a su final. En este aspecto, debería notarse que aunque la celulosa microfibrilar derivada de la

23

presente invención puede elaborarse derivando una celulosa microfibrilada, el proceso de microfibrilación requiere generalmente menos energía, y/o es más eficiente, si la celulosa ya ha sido derivada. Sin comprometerse con la teoría, esto puede deberse a que la presencia de funcionalidades electrostáticas en la celulosa 'afloja' la estructura de los haces de fibrilas.

La posibilidad de usar menos energía no sólo ofrece economías de costo, sino que tiene como resultado un menor fraccionamiento de las microfibrilas de celulosa. Por consiguiente, microfibrilar una celulosa que ya ha sido derivada puede tener como resultado una celulosa microfibrilar derivada con microfibrilas relativamente más largas, comparadas con realizar la derivación después de la microfibrilación. Esto es particularmente importante porque la energía requerida para la microfibrilación puede reducirse significativamente en magnitudes de derivación que están por debajo del nivel que haría a la celulosa microfibrilar derivada resultante libremente soluble en agua. Por ejemplo, la derivación de celulosa resultante en un DS en el orden de 0.1 ó 0.2 'aflojará' los haces de fibrilas lo suficiente para permitir la microfibrilación empleando dispositivos convencionales de corte tales como un homogeneizador, mezclador de choque, o ultrasonicador. Estas microfibrilas de celulosa con bajo DS tienen diámetros en el orden de 50 nanómetros combinados con longitudes de hasta 500 micrones, resultantes en relaciones de aspecto superiores a 1,000. Aunque el bajo DS permite la microfibrilación, es demasiado bajo para permitir que el material resultante sea completamente soluble en el solvente o vehículo de uso en las concentraciones de interés. Sin comprometerse por la teoría, la presencia de regiones insolubles en las fibras puede explicar los datos que muestran la máxima formación de gel con DSs bajos. Estos geles pueden reforzarse mediante asociación débil de las regiones no sustituidas más hidrofóbicas.

La estabilización y derivación se realiza mediante de la generación posición de sustituyentes en la fibrila y/o microfibrila. Es evidente que los sustituyentes se asocian predominantemente con las regiones superficiales de las fibrilas o microfibrilas. Independientemente del mecanismo preciso,

en términos funcionales el contacto microfibrila-microfibrila es inhibido por mecanismos electrostáticos o fuerzas. La presencia de los sustituyentes hace también que las microfibrilas ocupen más volumen que si no se derivaran, posiblemente debido a la inhibición del contacto a lo largo de por lo menos parte de la longitud de las microfibrilas. El rendimiento reológico de la celulosa microfibrilar derivada resultante se intensifica en una concentración baja puesto que el volumen se ocupa mejor y los materiales se distribuyen mas homogéneamente.

Sin comprometerse por la teoría, las superficies de las microfibrilas derivadas parecen tener algunas áreas libres de los sustituyentes de manera que tiene lugar cierta acción limitada entre las microfibrilas. La interacción limitada puede incluso ser necesaria para facilitar la formación reticular, y puede ser una causa de los atributos reológicos de interés tales como esfuerzo de cedencia, gelación reversible de corte e insensibilidad del módulo a la temperatura. Parece además que la relación longitud/diámetro, o relación de aspecto, de las fibrilas y microfibrilas contribuye también al rendimiento de los materiales de la presente invención.

Para generar o ubicar los sustituyentes en la celulosa puede emplearse cualquier proceso apropiado. Por conveniencia, los procesos posibles se denominarán aquí colectivamente como "derivación"; no obstante, dentro del contexto de esta invención, derivación se usa para significar cualquier proceso que tenga como resultado una celulosa (incluyendo celulosa fibrilar y microfibrilar) que tenga sustituyentes suficientemente asociados con la celulosa para proporcionar el(los) beneficio(s) deseado(s), e incluye no sólo reacciones químicas en enlazamiento covalente, sino también adsorción física. Adicionalmente, la presente aplicación se referirá tanto a "derivación" como a "estabilización". Químicamente, ambos términos se refieren al mismo tipo de proceso, a saber, la posición o generación de sustituyentes en el sustrato celulósico. Funcionalmente, "derivación" es por lo general el término más amplio, puesto que "estabilización" implica una funcionalidad que se observa usualmente de manera principal o exclusiva cuando la celulosa se encuentra en forma microfibrilar.

25
X

Posibles procesos de derivación incluyen cualquier método(s) sintético(s) que puede(n) usarse para asociar los sustituyentes con la celulosa. Más generalmente, el paso de estabilización o derivación puede emplear cualquier proceso o combinación de procesos que promuevan u ocasionen la posición o generación de los sustituyentes. Por ejemplo, las condiciones para tratar celulosa no-microfibrilar deberían incluir generalmente tanto la alcalinidad como el hinchamiento de la celulosa, con el fin de hacer la superficie de las fibrilas más accesible a la posición o generación de los sustituyentes. La alcalinidad y el hinchamiento pueden proporcionarse por agentes separados, o el mismo agente puede proporcionar alcalinidad y causar hinchamiento de la celulosa. En particular, agentes alcalinos sirven a menudo múltiples propósitos en cuanto a que pueden catalizar la reacción entre la celulosa y el sustituyente, opcionalmente desprotonar el derivado e hinchar abriendo la estructura de la celulosa para permitir el acceso de los reactivos para llevar a cabo la derivación.

Métodos químicos específicos que pueden usarse para lograr la presente invención incluyen, pero no se limitan a, la generación de grupos catiónicos, tales como amina cuaternaria y/o amina, en o cerca de la superficie de la celulosa particulada. Condiciones alcalinas se obtienen preferiblemente empleando hidróxido de sodio. Puede utilizarse cualquier material que funcione como agente de hinchamiento para la celulosa, y agentes alcalinos alternativos incluyen óxidos de metal alcalino o alcalinotérreo o hidróxidos; silicatos alcalinos; aluminatos alcalinos; carbonatos alcalinos; aminas, incluyendo aminas de hidrocarburo alifático, especialmente aminas terciarias; hidróxido de amonio; hidróxido de tetrametil amonio; cloruro de litio; N-óxido de N-metil morfolina; y similares. Además de las cantidades catalíticas de agente alcalino, pueden agregarse agentes de hinchamiento para aumentar el acceso para la derivación. Se prefieren agentes de hinchamiento interfibrilares e intercristalinos, particularmente agentes de hinchamiento usados a niveles

que proporcionan hinchamiento interfibrilar, tales como hidróxido de sodio en una concentración apropiadamente baja.

Estas reacciones de derivación, si llevadas a cabo en la estructura de la celulosa fibrosa original, pueden requerir condiciones específicas para maximizar la eficiencia de la ubicación de la derivación sobre la superficie de la celulosa. Por ejemplo, en el caso de celulosa proveniente de pulpa de madera, la concentración del agente de hinchamiento usado parece tener un efecto sobre el rendimiento de la celulosa final. En particular, al usar hidróxido de sodio se ha determinado que el nivel del hidróxido de sodio puede tener un efecto significativo sobre el rendimiento reológico.

Se prefiere que la derivación de estas celulosas fibrosas se realice en una forma que limite la formación de microfibrilas que sean solubles en la composición de uso final previsto, ya que éstas pueden no contribuir significativamente al rendimiento reológico deseado. Esto típicamente limita el grado de derivación que puede obtenerse en donde la derivación a niveles más altos haría la celulosa soluble en la composición de uso final. Límites específicos pueden determinarse fácilmente basándose en la aplicación en cuestión, pero a manera de guía general se prefiere que el grado de sustitución (DS) esté por debajo de alrededor de 0.5, o por debajo de alrededor de 0.35, o por debajo de alrededor de 0.2, o por debajo de alrededor de 0.18, o por debajo de alrededor de 0.15.

La derivación puede llevarse a cabo en cualquier forma apropiada, incluyendo, pero sin limitarse a, suspensión en agua; en solvente orgánico, solo o en mezclas con agua; en solución; y en sólidos altos, solos con agua o con agua y una cantidad menor de solvente orgánico. (Para efectos de la presente revelación, "sólidos altos" se refiere a un contenido de polisacárido de más de alrededor de 25%.

Derivaciones opcionales o funcionalidades que pueden ponerse también en la celulosa incluyen, pero no se limitan a, sustituciones alifáticas de cadena corta y a otras de tipo hidrofóbico; sustituciones oligoméricas y poliméricas; sustituciones no cargadas, como por ejemplo etilen y propilen glicoles de cadena corta; otra funcionalidad de tipo asociativo;

27
2

funcionalidad de tipo surfactante; metil ; etilo; propilo; y combinaciones de éstos. Estas sustituciones son opcionales en el sentido que no pueden destinarse a estabilización de la celulosa, y en vez de ello proporcionarán funcionalidad adicional tal como actividad superficial, poder de emulsificación, características de adsorción, y similares.

El método para procesar una forma no-microfibrilar de celulosa en la forma microfibrilar puede llevarse a cabo antes, durante o después de la reacción de derivación. El método preferido comprende el uso de un homogeneizador en una suspensión diluida de la celulosa no-microfibrilar en un medio acuoso. Opcionalmente, el medio acuoso puede tener aditivos tales como agentes de hinchamiento, en particular, agentes de hinchamiento interfibrilar y/o intercristalina, por ejemplo, hidróxido de sodio, para contribuir a mejorar la facilidad de generación de microfibrila. Un método más preferido de microfibrilación comprende el uso de energía mecánica en una suspensión acuosa de celulosa derivada que no ha sido secada. Otros procesos de microfibrilación incluyen, a manera de ejemplo no-limitante, el empleo de un mezclador de choque; calor; explosión de vapor; ciclo de presurización-despresurización; ciclo congelación-deshielo; impacto; triturado (tal como un rectificador de disco); bombeo, mezclado; ultrasonido; explosión de microondas; y molido. Asimismo pueden emplearse combinaciones de éstos, tales como molido seguido por homogeneización. Esencialmente puede utilizarse cualquier método de reducir tamaño de partícula, pero se prefieren métodos para reducir el tamaño de partícula que preserven simultáneamente una elevada relación de aspecto en la celulosa. Como se describió anteriormente, el grado de sustitución de la celulosa afecta también la facilidad de procesar la celulosa en la forma microfibrilar.

El proceso para generar el particulado puede ser realizado por el consumidor en la aplicación final de manera que el particulado se genere in situ, o puede realizarse como se describió anteriormente en medios acuosos, deshidratarse el material y secarse el particulado resultante. El particulado seco de esta invención, denominado en adelante la forma lista-para-gelación

o RTG (ready-to-gel), puede rehidratarse fácilmente en solventes polares para obtener los atributos reológicos deseados. La deshidratación puede llevarse a cabo desplazando agua con solventes menos polares y secado.

En términos de propiedades generales, las aplicaciones en donde las celulosas microfibrilares derivadas de la presente invención tienen particular utilidad incluyen aquellas en donde los atributos reológicos deseados comprenden por lo menos uno de esfuerzo de cedencia, gelación reversible de corte, y un módulo que es insensible a la temperatura. La capacidad de proporcionar los atributos reológicos descritos aquí hace también posible proveer la estabilización de mezclas de líquidos y sólidos con diferentes densidades; propiedades tipo gel; geles bombeables; estabilización a temperaturas elevadas; y, control de hidratación y difusión.

En términos de aplicaciones más específicas o campos de uso, la utilidad de la presente celulosa microfibrilar derivada incluye, sin limitación, alimentos, productos de higiene personal, productos para el hogar, productos farmacéuticos, productos neutracéuticos, manufactura y tratamiento de papel, composiciones de recubrimiento, tratamiento de agua o agua residual, fluidos para perforación, agricultura, construcción, y control de derrames y/o recuperación. De igual modo es posible el empleo en aplicaciones alimenticias, sujeto a la solución satisfactoria de cualquier inquietud relativa a la introducción de materiales catiónicos en materias destinadas al consumo.

En aplicaciones alimenticias, las celulosas microfibrilares derivadas de la presente invención pueden ser útiles como modificadores reológicos; como estabilizadores, inhibiendo el afloramiento "*creaming*" o sedimentación en suspensiones; y como fibra dietética no-digestible. También pueden usarse para controlar el crecimiento de los cristales de hielo durante, por ejemplo, la elaboración y almacenamiento de helado.

En productos de higiene personal, la celulosa microfibrilar derivada puede utilizarse para estabilizar emulsiones, dispersiones, suspensiones y espumas, y pueden hallar uso en cremas, lociones, geles y pastas, incluyendo las destinadas a aplicación epidérmica (debe notarse que la

29
R

celulosa microfibrilar derivada de la presente invención posee sustantividad a superficies biológicas, incluyendo pero sin limitarse a, la piel (cabello y uñas). Ejemplos representativos pero no exhaustivos incluyen bloqueadores solares; cremas y lociones humectantes o anti-edad; jabones o geles limpiadores; antitranspirantes y desodorantes, incluyendo aquellos en forma de barra, rociado de bombeo, aerosol y forma de roll-on; geles liberadores de fragancia; lápices labiales, brillos labiales y productos de maquillaje líquido; productos para la higiene oral, incluyendo cremas dentales, agentes limpiadores y blanqueadores de dientes, y productos para la higiene dental tales como limpiadores y adhesivos, e incluyendo además el uso en sorbitol, mezclas de sorbitol-agua, y mezclas de glicerol-agua; productos en donde sería deseable la liberación controlada, sostenida o retrasada de un ingrediente; productos para la curación de heridas, tales como ungüentos (incluyendo ungüentos anestésicos, antisépticos y antibióticos), apósitos, y productos tales como anillos para ostomía en donde es deseable una buena retención de líquido; y productos absorbentes, tales como pañales. La presente invención puede tener utilidad particular no sólo en productos de higiene personal sino también en otras aplicaciones, con productos dispersados por una acción de bombeo. La gelación reversible de corte exhibida por la celulosa microfibrilar derivada se adapta perfectamente para dispensado por bombeo, y puede combinarse ventajosamente con su capacidad para estabilizar emulsiones, dispersiones y espumas para mejorar la dosificación uniforme del producto.

En el área de los productos para el hogar, las propiedades reológicas de las presentes celulosas microfibrilares derivadas, y su capacidad para estabilizar emulsiones, dispersiones y espumas, brindan utilidad en áreas tales como detergentes, champúes, limpiadores y purificadores de aire. Ejemplos específicos incluyen, sin limitación, productos de lavandería (incluyendo detergentes, limpiadores pre-manchado y composiciones para tratamiento de telas, tales como suavizantes); champúes para alfombras y tapizados; limpiadores para tazas de baño (particularmente los dispensados en forma líquida de gel); purificadores de aire; y agentes limpiadores de

30
X
M

propósito general, incluyendo líquidos, geles, pastas y espumas usadas en limpiar y/o desinfectar superficies en el hogar.

En aplicaciones farmacéuticas, la celulosa microfibrilar derivada puede tener utilidad en formulaciones de liberación controlada, sostenida retrasada (incluyendo parches epidérmicos utilizados para liberación lenta y/o prolongada de uno o más ingredientes activos); como desintegrantes; como fibra dietética; en cuidado de heridas, particularmente en aplicaciones (tales como anillos de ostomía) en donde la capacidad de retener líquido es importante; y como modificadores reológicos.

En el área de la manufactura y tratamiento de papel, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención posee utilidad en la modificación y/o estabilización de emulsiones; encolado; retención; clarificación; absorbancia; drenado; formación (funcionando como auxiliar de floculación); control de deposición o escala (inhibiendo la formación y/o crecimiento de depósitos inorgánicos); tratamiento de agua y agua residual; desagüe; formación de película y membrana; enlazamiento cruzado de polielectrolitos; remoción de materiales nocivos orgánicos y/ inorgánicos; en recubrimientos de papel; y en mejorar propiedades tales como rigidez, resistencia húmeda, absorbancia, suavidad, firmeza, resistencia al desgarre y resistencia al plegado.

En el contexto de la manufactura de papel, el control de escala se refiere a la prevención de depósitos de carbonato de calcio y oxalato de calcio que se forman durante el proceso de pulpeo. El control de escala puede lograrse mediante dispersión de cristales de sal en el medio para impedir el crecimiento y la deposición, inhibición de nucleación, modificación del mecanismo de crecimiento de cristales para prevenir la formación de formas cristalinas que ocasionarían depósitos. El uso de la celulosa microfibrilar derivada con tamaño de partícula en micrones y más pequeño, estabilizada con grupos funcionales apropiados, serviría para controlar el depósito de escala porque dichos miniportadores inhiben el crecimiento de cristales que acarrea la deposición. Más aún, los materiales celulósicos serían más fáciles de recuperar del proceso de pulpeo

31
2
H

debido a su naturaleza orgánica. Grupos funcionales preferidos incluirían aminas. Grupos funcionales alternativos y niveles adecuados de uso pueden determinarse fácilmente por aquellas personas con habilidades ordinarias en el arte, basándose en el ambiente particular de uso.

La celulosa microfibrilar derivada puede emplearse además en una máquina para fabricación de papel para aumentar la tasa de drenado y/o desagüe durante la manufactura de papel; para retener partículas orgánicas y/o inorgánicas dispersas (tales como finos de pulpa, rellenos, agentes encolantes, pigmentos y/o arcillas); para retener materiales particulados orgánicos e inorgánicos nocivos; para mejorar la uniformidad de la formación de una hoja de papel; y para mejorar la resistencia de una hoja de papel. Con referencia particular al drenado, auxiliares de drenado son aditivos que incrementan la tasa a la cual se elimina el agua de un lodo de papel en una máquina de papel. Estos aditivos aumentan la capacidad de la máquina, y por lo tanto la rentabilidad, permitiendo una formación más rápida de la hoja. Derivados celulósicos microfibrilares cargados son capaces de aumentar el drenado en gran medida, solos o en combinación con otros polímeros cargados.

La celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede emplearse también en papeles recubiertos, en donde los derivados de celulosa pueden emplearse para controlar la reología del recubrimiento de color y para proveer retención de agua, controlando así la cantidad de líquido que permea la hoja base.

En composiciones de recubrimiento, tales como pinturas y tintas, la celulosa microfibrilar derivada puede proporcionar modificación de reología, mejorando propiedades tales como salpicadura, nivelación, resistencia al escurrimiento, inundación y flotación, y puede tener utilidad particular en pinturas de gel. Igualmente puede mejorar la dispersión del pigmento y/o estabilización, y funcionar como agente de control de carga o de control de flujo, inclusive en tintas, tales como tintas para chorro de tinta.

32

En el área del tratamiento de agua, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede brindar control de escala, es decir, inhibiendo la formación y/o crecimiento de depósitos inorgánicos en sistemas acuosos; clarificación; floculación; sedimentación; coagulación; dosificación de carga; y suavizamiento.

En fluidos para perforación, la presente celulosa microfibrilar derivada puede proporcionar modificación de reología, reducir o prevenir la pérdida de fluido y mejorar la recuperación de aceite secundario.

En aplicaciones agrícolas, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede usarse en tratamiento de suelos, y puede proveer retención de humedad, resistencia a la erosión, resistencia a las heladas, y liberación controlada, sostenida o retrasada de materiales agrícolas tales como fertilizantes, plaguicidas, funguicidas y herbicidas. También puede utilizarse para protección de cosechas, como para minimizar o evitar el daño por heladas.

En construcción, la celulosa microfibrilar derivada puede emplearse en lodos para muro seco, calafateados, adhesivos solubles en agua y fabricación de tableros.

En otras áreas, la celulosa microfibrilar derivada puede usarse para el control y limpieza de derrame de líquidos; como absorbentes para petróleo; como estabilizadores para emulsiones, dispersiones y espumas (incluyendo pero sin limitarse a emulsiones aceite-en-agua y agua-en-aceite); y para emulsificación. La estabilidad de emulsiones comerciales, tales como emulsiones de encolado de papel, constituye un problema recurrente en la industria. Emulsiones comerciales corrientes incluyen aquellas conformadas generalmente por una fase de aceite, cera o brea dispersada en agua. Estas dispersiones se estabilizan generalmente mediante adición de materiales cargados tales como almidones catiónicos, sulfonato de lignina de sodio y sulfato de aluminio. Dichos materiales se agregan generalmente en cantidades iguales a aproximadamente 10-20% en peso del componente de encolado. Las dispersiones resultantes son típicamente partículas de 0.2 a 2 micrones, concebidas para ser estabilizadas mediante repulsión de carga,

33
✓
27

por ejempl , con los almidones cargados positivamente en superficies de partículas que se repelen entre sí.

Una causa de falla de la emulsión es la separación debida a la acción de la densidad. Esto puede limitarse aumentando la viscosidad, o estructura interna dentro del fluido. Por ejemplo, una emulsión que mantiene una viscosidad de menos de alrededor de 20 centipoise a todo lo largo de un ensayo de envejecimiento estándar ve su viscosidad incrementada inicialmente en una magnitud de 100 centipoise mediante la adición de un viscosificante a la formulación, y hallarse aún dentro de una viscosidad comercial aceptable, a condición que la viscosidad no se incremente entonces con el transcurso del tiempo para exceder de límites aceptables.

Un método de obtener este resultado sería usar un agente viscosificante que no produzca un aumento sustancial en la viscosidad la primera vez que se añada a una formulación de emulsión, pero que proporciona un incremento en la viscosidad durante el procesamiento normal de la formulación de emulsión para producir la emulsión. Esto puede conseguirse incluyendo, como aditivo a la formulación de emulsión, celulosa que se haya derivado como se describe aquí, pero aún no microfibrilada. Cuando la formulación de emulsión se somete entonces a energía, típicamente corte elevado, durante el procesamiento empleado para transformar la formulación de emulsión en una emulsión, el corte microfibrilará también la celulosa derivada, lo que tendrá como resultado la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención, que estará presente como parte de la emulsión. El gel producido por la celulosa microfibrilar derivada se diluirá entonces bajo el esfuerzo de corte pero se volverá a formar cuando cese el corte. Más aún, la insolubilidad de dicha celulosa de bajo DS puede hacer que ésta se concentre en la interfase aceite/agua de emulsiones aceite-y-agua, más que en la fase gruesa acuosa, lo cual puede ser deseable.

Efectivamente, el mismo resultado puede alcanzarse añadiendo la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención a una formulación de emulsión, o a la emulsión final, en cualquier punto durante la

34
g
m

producción de la emulsión. Variaciones adicionales incluirían introducir celulosa derivada, que sea sólo microfibrilada parcialmente, en el proceso de fabricación de la emulsión en un punto en donde el procesamiento subsiguiente proporcionaría energía suficiente para completar la microfibrilación. Asimismo puede ser posible realizar alguna o toda la derivación como parte del proceso de producción de la emulsión; por ejemplo, la formulación de emulsión puede incluir una especie cargada que se adsorberá en la microfibrilas de celulosa, o dicha especie puede agregarse durante el procesamiento de la formulación de emulsión, en forma separada o en combinación con la celulosa. Por consiguiente, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención puede servir como aditivo estabilizador de emulsiones, disponiéndose de varias rutas en el proceso para obtener este resultado final.

Si bien la elección del método puede ocasionara alguna variación en las propiedades de la emulsión resultante, la ventaja básica de la estabilidad mejorada de la emulsión debería obtenerse por cualquier procedimiento que tenga, como resultado final, la presencia de la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención en la emulsión final. Comercialmente, puede ser deseable proveer a los clientes con celulosa no-microfibrilada, derivada, en forma de polvo que, añadido a la formulación y sujeto a corte elevado u otras formas apropiadas de energía, microfibrilará y producirá la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención.

Esta estabilidad mejorada de la emulsión puede posibilitar el uso de formulaciones de emulsión que no se desempeñarían satisfactoriamente en ausencia de la celulosa microfibrilar derivada. Otras ventajas pueden incluir una retención mejorada en el papel, mejor drenado del agua de sistemas de papel debido a la asociación de rellenos y finos de pulpa con las microfibrilas retenidas, y resistencia al rompimiento de la emulsión en presencia de elevadas concentraciones de sal.

Los materiales en cuestión derivados electrostáticamente de esta invención han sido descubiertos por lo tanto para proporcionar reología a sistemas acuosos en un amplio rango de pH y fuerza iónica. Esta

35 VP
H

insensibilidad al pH y a la fuerza iónica facilita el uso en áreas en donde existe un pH bajo y condiciones salinas elevadas, tales como en cremas y lociones de higiene personal, productos alimenticios, y similares.

Aparte de lo anterior, la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención representa un vehículo para proporcionar carga catiónica a un ambiente dado. Esto puede incluir utilidad en el tratamiento de agua y agua residual, en donde pueden usarse partículas cargadas para remover cuerpos de color y para flocular particulados y otros contaminantes. Así, a modo de ejemplo no limitante, una cantidad apropiada de la celulosa microfibrilar derivada puede añadirse al agua (o a un sistema acuoso) que esté contaminada con material aniónico y/o cuerpos de color; dejarse que se aglutine o agrupe con los contaminantes, opcionalmente con mezclado y calor; y, entonces, pueden emplearse técnicas físicas, químicas y/u otras de separación para aislar del agua la combinación celulosa/contaminante aglutinada o agrupada. Si bien cualquier cantidad de celulosa microfibrilar derivada facilitaría la remoción de alguna cantidad de contaminante del agua, con el fin de obtener el máximo efecto, la cantidad de celulosa microfibrilar derivada debería ser preferiblemente por lo menos igual al equivalente estequiométrico necesario para aglutinarse o agruparse con la concentración medida o estimada del contaminante cuya separación remoción se desea.

Los siguientes ejemplos indican varios métodos posibles para fabricar u usar la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención. Estos ejemplos son meramente ilustrativos y no tienen que interpretarse como si limitaran la presente invención a compuestos, procesos, condiciones o aplicaciones particulares. A todo lo largo de esta descripción, "gelación" se define que ocurre cuando $G' > G''$, en donde G' es el módulo de almacenamiento dinámico y G'' es el módulo de pérdida dinámico. Esta es la definición funcional empleada en EP 111; para información básica general, véase Ferry, J.D., Viscoelastic Properties of Polymers, (Propiedades Viscoelásticas de Polímeros), John E. Wiley & Sons, NY, 1980.

36

Los siguientes ejemplos indican varios métodos posibles para fabricar u usar la celulosa microfibrilar derivada de la presente invención. Estos ejemplos son meramente ilustrativos y no tienen que interpretarse como si limitaran la presente invención a compuestos, procesos, condiciones o aplicaciones particulares.

Ejemplo 1

Preparación de una Celulosa Funcionalizada con Amina Cuaternaria (QAC, Quaternary Amine Functionalized Cellulose).

Isopropanol (IPA) y agua deionizada (DI) se cargaron en una marmita de resina enchaquetada, con inyección de nitrógeno, equipada con un mezclador accionado por aire, agitador de acero inoxidable, dos embudos de adición ecualizadores de presión, un condensador de reflujo, entrada de nitrógeno, línea de vacío y termocupla. Se agregó al reactor pulpa de madera blanqueada al sulfato (aproximadamente 400 µm de longitud, 5.2% de humedad) (Weyerhaeuser Company), el lodo de mezcla se agitó durante 10 minutos, tras lo cual la mezcla se inyectó con nitrógeno durante 1 hora enfriando simultáneamente la temperatura del lodo a 15°C.

Seguidamente el reactor se inactivó, y lentamente se añadió al reactor NaOH acuoso (50% NaOH) manteniendo al mismo tiempo la temperatura del lodo de mezcla en o por debajo de 15°C. El lodo se agitó durante 1 hora luego de concluida la adición cáustica. Dow Quat (cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trimetilamonio, Dow Chemical Company, Midland, MI) (65% en agua) se agregó lentamente al reactor por el embudo de adición manteniendo simultáneamente la temperatura de reacción del lodo en 15°C. Tras la adición del Dow Quat, el lodo de reacción se calentó a 70°C y se mantuvo durante 1 hora. El lodo de reacción se enfrió por debajo de 30°C y seguidamente se filtró mediante vacío con aspirador con un embudo de vidrio sinterizado y un dique de caucho. Este proceso se repitió dos veces más.

La torta húmeda obtenida de los tres lavados previos se transformó en una pasta aguada en 1000 g de metanol puro utilizando un mezclador

37


accionado por aire y un vaso de precipitados de acero inoxidable, soportado en la base, durante 15 minutos para deshidratarla y a continuación se filtró mediante vacío con aspirador con un embudo de vidrio sinterizado y un dique de caucho. La torta húmeda final se fraccionó en partículas pequeñas empleando una espátula de caucho y luego se secó en un secador de lecho fluidizado Lab-line (modelo número 23852) durante 35 minutos. (Secado de aire durante 5 minutos, secado por calor 50°C durante 10 minutos y secado por aire a 70°C durante otros 20 minutos). El producto se rectificó utilizando un Molino de Rectificado Retsch (modelo 2M1) con un tamiz de 1 mm.

Tabla 1: Recetas QAC
 (todos los pesos en gramos)

Cebalosa Funcionalizada con Amino Caaternaria							
Muestra #	Longitud Cebalosa	Peso Cebalosa (Base Peso Seco)	Peso IPA	Peso H ₂ O	Peso 50% NaOH (ac.)	Peso Dow Quat (65% sol. ac.)	DS
1	~400 µm	65	750	110	18.46	58.02	0.02
2	~400 µm	65	750	110	13.83	43.52	0.03
3	~400 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.03
4	~200 µm	65	750	110	18.46	58.02	0.07
5	~200 µm	65	750	110	18.46	58.02	0.08
6	~200 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.11
7	~400 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.11
8	~400 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.11
9	~400 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.12
10	~400 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.13
11	~200 µm	65	750	110	23.07	72.53	0.14
12	~400 µm	65	750	110	N/D	N/D	N/D

Preparación del Lodo: Se prepararon 800 g de un lodo al 1% de cada una de las Muestras en Tabla 1 utilizando los siguientes materiales:

	Peso	%Peso
QAC	8.00 gramos	1.0±0.06%
Germaben ® II biocida (Sutton Laboratories, New Jersey)	4.00 gramos	0.5%
Agua Deionizada	788.00 gramos	98.5±0.06%
Total	800.00 gramos	

El recipiente se cerró y se agitó para humectar y dispersar los sólidos de QAC. Los sólidos se sedimentarán si se dejan reposar, de manera que el recipiente se agitó justo antes de verter el lodo en el homogeneizador.

Homogeneización de los Lodos QAC: Se procesó la suspensión en el homogeneizador equipado con un pote de alimentación bajo agitación en la siguiente forma: El homogeneizador se invirtió antes de descargar el lodo. Se procesó un lodo de 800 gramos durante alrededor de 20 minutos a aproximadamente 3000 psi reciclando la corriente descargada del homogeneizador en el pote de alimentación. Se monitoreó la presión y se hicieron los ajustes adecuados al volante de la fase primaria para mantener la presión total en alrededor de 3000 psi. Una vez concluido el procesamiento, se re-direccionó el tubo de descarga de manera que la muestra se recogiera y almacenara en una jarra con tapa.

Pruebas Reológicas de QAC Microfibrilada: Cada muestra de QAC microfibrilada preparada en Ejemplo 1 se analizó a continuación en cuanto a propiedades reológicas. Los datos se recolectaron en un Reómetro CS Bohlin (Bohlin Instruments, Cranbury, New Jersey). Se midieron las propiedades dinámico-mecánicas incluyendo el módulo de almacenamiento dinámico, el módulo de pérdida dinámico, la viscosidad del complejo y el esfuerzo de cedencia.

Condiciones de Ensayo del Reómetro

Barrido de Temperatura: Sistema de Medición: PP 40; 25°C – 60°C; Esfuerzo de Corte: automático; Frecuencia: 1 Hz; Velocidad de Rampa de Temperatura: 5°C/60 segundos; Intervalo de Medición: 20 segundos; Brecha: 1 mm.

Ensayo de Esfuerzo de Cedencia: Sistema de Medición: CP 4/40; 6.0E-02 – 1.0E+02; Tiempo de Barrido: 60 segundos; Número de Pasos: 30; Temperatura: Manual (25°C); Número de Mediciones: 1; Intervalo de Medición: 5 segundos.

Ensayo de Barrido de Esfuerzo: Sistema de Medición: PP40; Temperatura: Manual (25°C); Número de Mediciones: 1; Brecha: 1 mm; Intervalo de Medición: 5 segundos; Frecuencia: 1Hz.

39
~~39~~

Tabla 2: Reología de QAC Microfibrilada

Muestra #	Longitud Celulosa	DS de Celulosa QAC	ESFUERZO DE CEDENCIA (Pa)	G'@5.75 Pa(Pa)	G'@25° C/ 50° C (Pa)	Tiempo de Procesamiento en Homogeneizador (minutos)
1	~400 µm	0.02	NINGUNO			20
2	~400 µm	0.03	NINGUNO			20
3	~400 µm	0.03	NINGUNO			20
4	~200 µm	0.07	38.0	572	619/633	25
5	~200 µm	0.08	44.7	489	468/450	30
6	~200 µm	0.11	51.4	480	505/530	25
7	~400 µm	0.11	38.0	622	621/646	15
8	~400 µm	0.11	34.7	482		20
9	~400 µm	0.12	68.0	500	488/487	20
10	~400 µm	0.13	18.1	420		20
11	~200 µm	0.14	21.4	497	577/592	15
12	~400 µm	0.25	51.4	106	119/131	30

Ejemplo 2

Proceso Listo-Para-Gelar (RTG, Ready-To-Gel) para Celulosa de Amina Cuaternaria

Los geles se elaboran como de describió en los pasos “Preparación del Lodo” y “Homogeneización de Lodos QAC” en Ejemplo 1. A continuación los geles se procesan en la siguiente forma:

La siguiente descripción corresponde a Muestra #1 en la Tabla de Datos. Para todas las demás muestras se empleó un procedimiento similar.

Aproximadamente 2800 ml de IPA se agregaron a un vaso de precipitados de acero inoxidable (SS, stainless steel) de 12 cuartos, con soporte en la base. El IPA se agitó a la velocidad máxima de un agitador elevado accionado por aire interno. Para agitar el IPA se utilizó una cuchilla de cubierta aerodinámica SS sobre un eje SS. Seguidamente, alrededor de 1400 gramos de gel de QAC al 1% se agregaron lentamente al IPA en agitación. La relación de material es 2 ml IPA/1 gramo de gel. El vaso de precipitados se tapó con envoltura de sarán y el lodo se agitó durante diez minutos.

Transcurridos los diez minutos, el lodo se filtró a través de una tela sintética tirante. El lodo se filtró empleando la gravedad. El lodo se cubrió con envoltura de sarán durante la filtración para reducir la evaporación del IPA. Ocasionalmente el gel sobre la tela se agitó con una espátula plástica para aumentar la velocidad de filtración. Cuando se vio que la filtración

40
~~40~~

había durado el tiempo necesario, se regresó la torta húmeda al vaso de precipitados SS de 12 cuartos.

Se añadió al vaso de precipitados una cantidad fresca de aproximadamente 2800 ml IPA y se agitó nuevamente el lodo durante diez minutos más con la cuchilla de cubierta aerodinámica/agitador de aire. Seguidamente se filtró el lodo en un embudo Buchner de 20 cm con filtro de papel #415 VWR. La torta húmeda se pasó a una bandeja de cristalización de vidrio. La bandeja con la torta húmeda se puso en una estufa a 80°C bajo vacío para que se secase durante la noche. La muestra se secó a un peso constante, y los sólidos se rectificaron en un Mezclador Waring.

Los geles deshidratados se examinaron por rehidratación en la siguiente forma: Se preparó una mezcla previa de agua deionizada y Germaben II.

	<u>Peso</u>	<u>%Peso</u>
Agua Deionizada	788.00 gramos	99.49%
Germaben II biocida	40.00 gramos	0.51%

A continuación, la solución agua/Germaben II, una vez pesada, se vertió en una pequeña copa de un mezclador Waring junto con la QAC seca lista-para-gelar.

	<u>Peso</u>	<u>%Peso</u>
agua/Germaben	29.70 gramos	99.0 %
Germaben II biocida	0.30 gramos	1.0%

La copa del mezclador se cubrió y la muestra se mezcló hasta adquirir un aspecto homogéneo. El gel resultante se pasó a una jarra de vidrio. Luego se agitó en un mezclador de vórtice.

Pruebas Reológicas: Iguales a las descritas en Ejemplo 1.

Tabla 3: Reología de RTG QAC

Muestra #	DS de QAC	ESFUERZO DE CEDENCIA (Pa)	G' @ 5.75 Pa (Pa)
1	0.09	61.4	385

45

Propiedades Reológicas como Función de la Concentración: Una serie de geles se prepararon a partir de QAC al 1% (DS 0.09) diluyéndola con agua deionizada (DI).

Tabla 4: Reología de RTG QAC por Concentración

Muestra #	Concentración de QAC (% peso)	G' @ 5.75 Pa (Pa)
1	1	246
2	0.5	35.6
3	0.25	0.475
4	0.1	0.136

$G' > G''$ en todas las muestras (1-4); véase Figuras 1 a 4, respectivamente.

Emulsiones Estables Agua/Aceite con contenido de QAC: Bromuro de cetil trimetil amonio se mezcló con agua deionizada. La solución de CTAB, cetil trimethyl ammonium bromide) se agregó a un gel de celulosa microfibrilada funcionalizada (DS = 0.15) con amina cuaternaria al 1% preparada como en el Ejemplo 1. La mezcla se agitó en un Mezclador Waring durante 3 minutos a alta velocidad. La muestra permaneció un gel. Este gel se procesó a través de un homogeneizador Gaulin, 1 pasada a 4000 psi. Se prepararon emulsiones de migliol al diez por ciento (10%) a partir de geles agregando migliol y agua deionizada al gel y mezclando con un mezclador rotatio durante 4 minutos. Las emulsiones resultantes se envejecieron en una estufa a 50°C.

Tabla 5: Estabilidad de Emulsiones Agua/Aceite

Emulsión de Migliol al 10%	Estabilidad a 50°C
0.45% QAC/0.008% CTAB	> 3 semanas
0.90% QAC/0.016% CTAB	> 3 semanas

Uso en Composiciones de Encolado de Papel: Los siguientes ejemplos se relacionan con el empleo de QAC, elaborada de acuerdo con el Ejemplo 1 con un DS de alrededor de 0.10, en conexión con composiciones utilizadas en encolado de papel.

42
5
X

Ejemplo 3

Se usó un vaso de precipitados de 600 ml para combinar 66.0 gramos de dímero de dímero de cetena Precis® 787 (disponible de Hercules Incorporated, Wilmington, Delaware; Precis es una marca comercial registrada de Hercules Incorporated), 1.5 g de QAC, y 232.5 gramos de agua deionizada (DI). Se agitó la mezcla y luego se la pasó por un mezclador de choque Serie Modelo M110 de Microfluidics Corporation (Microfluidics Corp.) con su presión ajustada a 5000 PSI. Se recogió la emulsión y se realizó una segunda pasada. El producto de la segunda pasada se recogió en una jarra limpia, se introdujo una barra agitadora, se tapó la jarra y luego se enfrió en un baño de agua de 5 a 15°C.

Ejemplo 4

Se dispersaron tres gramos de QAC en 465 g de agua DI durante 5 minutos utilizando un mezclador de alto corte rotor-estator Tekmar Ultraturax SD45 (Tekmar Company, Cincinnati, Ohio) con un ajuste de potencia de 50. Los materiales resultantes se sometieron luego a tres pasadas a través del mezclador de choque a 5000 psi. Como en Ejemplo 3, 66.0 g de Precis se combinaron con 234.0 g de QAC en gel de agua DI, se agitaron usando un mezclador de alto corte en un ajuste de potencia de 50, luego se les dio dos pasadas a través del mezclador de choque a 5000 psi y se enfriaron en baño de agua de 10 a 15°C.

Ejemplo 5

Cuatro (4.0) gramos de QAC se dispersaron en 400 g de agua DI durante 5 minutos utilizando un mezclador de alto corte en un ajuste de potencia de 50, luego se les dio tres pasadas a través del mezclador de choque a 5000 psi para crear un gel. Se elaboró una emulsión al 44% de dímero de cetena Precis combinando 176.0 gramos de dímero de cetena Precis 787 con 224.0 gramos de agua DI en una jarra de boca ancha; se cortó la pre-mezcla en un mezclador de alto corte durante 5 minutos en un ajuste de potencia de 50, el material resultante se vertió rápidamente en la

43

cámara de alimentación del mezclador de choque y, con agitación mecánica ajustada en aproximadamente 250 RPM, la pre-mezcla se pasó dos veces a través del mezclador de choque puesto a 5000 psi. Seguidamente, 150.0 g del gel de QAC se combinaron con 150.0 g de emulsión al 44% de dímero de cetena Precis y se agitaron durante 5 minutos utilizando el mezclador de alto corte en un ajuste de potencia de 50.

La siguiente Tabla presenta los resultados de las pruebas para las emulsiones de muestra empleando el Método estándar T560 de TAPPI:

Tabla 6: Encolado Superficial de Ejemplo 3 a Emulsiones de Encolado del Ejemplo 5

(peso de la formulación en gramos)

Designación	(gel MF)	(Pre-corte)
Ejemplo 3	4	5
Precis 787	66.00	66.00
QAC	1.50	1.50
Agua DI	232.50	232.50
Total	300.0	300.0
Condiciones de Corte Tekmar	2 min @ 50	2 min @ 50
Corte Microfluidificador	2X @ 5 kpsi	2X @ 5 kpsi
Corte del Gel Tekmar	5 min @ 50	5 min @ 50
Corte del Gel Microfluidizador	3X @ 5 kpsi	3X @ 5 kpsi
% Calculado Activos	22.0	22.0
% IRAQ Activos	ND	14.9
PH	2.42	2.60
@ temperatura	20.7	21.0
Tamaño de Partícula	0.75	0.97
Tamaño de Partícula Sonicado	0.70	0.63
Potencial Zeta	-58.3	.57.9
Viscosidad Brookfield	Falló	119.3

“Falló” significa que la emulsión se descompuso antes de las pruebas

Auxiliares de Drenado en la Manufactura del Papel: Los siguientes ejemplos demuestran la efectividad de la celulosa microfibrilar derivada com auxiliar de mejora de drenado.

44'

Se efectuaron mediciones de drenado en un probador de Libertad de Drenado Estándar Canadiense (CSF, Canadian Standard Freeness), usando una pulpa kraft blanqueada conformada por 70% de madera dura y 30% de madera suave. Todas las pruebas de libertad de drenado se llevaron a cabo en agua dura con un pH de 7.95-8.05, alcalinidad de 50 ppm (como carbonato de calcio), y dureza de 100 ppm (como carbonato de calcio) usando el método T 22 om-92 de TAPPI. Se empleó una consistencia de pulpa del 0.3%. Valores CSF más altos indican un drenado mejor (más rápido).

Los siguientes resultados se obtuvieron utilizando celulosa microfibrilada de amina cuaternaria (MFQAC, microfibrillated quaternary amine cellulose), sola y en combinación con carboximetil celulosa microfibrilar (MFCMC, microfibrillar carboxymethyl cellulose). La preparación de MFCMC se describe en la Solicitud de Patente de los Estados Unidos Número de Serie 09/248,246, presentada el 10 de febrero de 1999, cuya revelación se incorpora aquí en su totalidad por referencia a la misma. La MFQAC poseía un grado de sustitución de alrededor de 0.09, mientras que la MFCMC tenía un grado de sustitución de alrededor de 0.17 grupo de carga por unidad de anhidroglucosa. Todas las cargas se calculan como porcentaje de aditivo (base seca) relativo a la pulpa.

Ejemplo 6

MFQAC sola.

<u>% MFQAC</u>	<u>CSF</u>
0.00	211
0.05	264
<u>%MFQAC</u>	<u>CSF</u>
0.10	315
0.20	388
0.30	451
0.40	491
0.50	509

Ejemplo 7

MFQAC (0.2% carga) con resina de poliacrilamida aniónica Reten 1523H

45
X

<u>% Reten@1523H</u>	<u>CSF</u>
0.000	464
0.003	464
0.006	503
0.009	513
0.012	526

Ejemplo 8

MFQAC con MFCMC

<u>% MFQAC</u> <u>(basada en pulpa)</u>	<u>VALORES CSF</u>	
	<u>0%</u> <u>MFCMC</u>	<u>0.05%</u> <u>MFCMC</u>
0.00	211	N/D
0.10	315	432
0.20	388	518
0.40	491	612

Además de los ejemplos suministrados anteriormente, QAC puede producirse con un rango de fuentes alternativas de celulosa, incluyendo Avicel® pH-101NF (-90); Solka® Floc (grado 300 FCC), las cuales pueden obtenerse de Fiber Sales & Development Corp., Urbana, Ohio; y pelusa CTMP (Pulpa Química Termomecánica, Chemical Thermomechanical Pulp) blanqueada, la cual puede obtenerse de SCA Graphic Sundsvall AB, Timra, Suecia.

La presente invención necesariamente se ha discutido aquí por referencia a ciertos métodos y materiales específicos. La enumeración de estos métodos y materiales fue meramente ilustrativa, y de ningún modo constituye limitación alguna sobre el alcance de la presente invención. Se espera que aquellas personas con habilidades en el arte puedan discernir y poner en práctica variaciones de, o alternativas a, las enseñanzas específicas proporcionadas aquí, sin apartarse de la órbita de la presente invención.

46

LO QUE REIVINDICO/REIVINDICAMOS ES:

1. Una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, además en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos del 1%.

2. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas químicas, pulpas mecánicas, pulpas termomecánicas, pulpas químicas termomecánicas, fibras recicladas, papel periódico, algodón, vainas de soya, vainas de frijol, farfollas de maíz, lino, cáñamo, yute, ramio, kenaf, cáñamo de manila, cáñamo de sisal, bagazo, maíz, trigo, bambú, velonia, bacterias, algas, hongos, celulosa microcristalina, vegetales y frutas.

3. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 2, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas de madera purificadas, opcionalmente blanqueadas, producidas a partir de procesos de pulpeo al sulfito, kraft o kraft pre-hidrolizado; borra de algodón purificada; frutas; y vegetales.

4. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicho sustituyente comprende una amina.

5. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 4, en donde dicho sustituyente comprende una amina cuaternaria.

6. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en todo el rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 100% en agua.

47
S

7. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 6, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en todo el rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 50% en agua.

8. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en una concentración de menos de alrededor de 1% en agua.

9. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 8, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en por lo menos un punto en el rango de concentración de desde alrededor de 0.05% hasta alrededor de 0.99% en agua.

10. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, que comprende asimismo un solvente, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es sustancialmente insoluble en dicho solvente.

11. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 10, en donde dicho solvente es agua, alcohol o aceite.

12. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 11, en donde dicho solvente es agua.

13. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, que tiene un grado de sustitución de menos de alrededor de 0.5.

14. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 13, en donde dicho grado de sustitución es de menos de alrededor de 0.35.

15. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 14, en donde dicho grado de sustitución es de menos de alrededor de 0.2.

48
~~48~~

16. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 15, en donde dicho grado de sustitución es de menos de alrededor de 0.18.

17. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 16, en donde dicho grado de sustitución es de menos de alrededor de 1.15.

18. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 13, en donde dicho grado de sustitución está entre alrededor de 0.02 y alrededor de 0.5.

19. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 18, en donde dicho grado de sustitución está entre alrededor de 0.05 y alrededor de 0.2

20. 2-Hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa microfibrilar con un grado de sustitución de entre alrededor de 0.10 y alrededor de 0.20.

21. Una composición comestible de materia que comprende celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, además en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

22. La composición comestible de materia de la Reivindicación 21, en la forma de una mayonesa baja en grasa, con contenido reducido de grasa, o libre de grasa.

23. La composición comestible de materia de la Reivindicación 22, en la forma de un aderezo para ensalada.

49
H

24. La composición comestible de materia de la Reivindicación 21, que comprende además un ingrediente de acción farmacéutica.

25. La composición comestible de la Reivindicación 24, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada provee, por lo menos parcialmente, liberación controlada, sostenida o retrasada de dicho ingrediente de acción farmacéutica.

26. Una composición no-comestible de materia que comprende celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para incluir un sustituyente que proporciona carga catiónica, además en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

27. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de un producto para el cuidado de heridas.

28. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 27, en donde dicho producto para el cuidado de heridas es un apósito para heridas.

29. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 27, en donde dicho producto para el cuidado de heridas es un anillo de ostomía.

30. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de una loción o crema para el cuidado de la piel.

31. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de una loción o crema bloqueadora solar.

50


32. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de una composición para la higiene oral.

33. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 32, en donde dicho producto para la higiene oral es una crema dental.

34. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de una composición para el cuidado del cabello.

35. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, que comprende además un fertilizante, herbicida, fungicida plaguicida.

36. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 35, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada proporciona, por lo menos parcialmente, liberación controlada, sostenida o retrasada de dicho fertilizante, herbicida o plaguicida.

37. La composición no-comestible de materia de la Reivindicación 26, en la forma de un fluido para perforación.

38. Una composición de papel que comprende celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para incluir un sustituyente que proporciona carga catiónica, además en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

39. La composición de papel de la Reivindicación de la Reivindicación 38, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es 2-hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa microfibrilar.

51
2
4

40. Un método para producir la celulosa microfibrilar derivada, método que comprende por lo menos uno de los siguientes:

- (a) un paso de derivación en el tratamiento de una celulosa microfibrilar para obtener una celulosa microfibrilar derivada;
- (b) un paso de microfibrilación en el tratamiento de una celulosa no-microfibrilar derivada para producir una celulosa microfibrilar derivada; o,
- (c) un paso de microfibrilación y derivación de una celulosa no-microfibrilar en forma sustancialmente simultánea.

en donde dicha celulosa microfibrilar derivada se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, aún más en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

41. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas químicas, pulpas mecánicas, pulpas termomecánicas, pulpas químicas termomecánicas, fibras recicladas, papel periódico, algodón, vainas de soya, vainas de frijol, farfollas de maíz, lino, cáñamo, yute, ramio, kenaf, cáñamo de manila, cáñamo de sisal, bagazo, maíz, trigo, bambú, velonia, bacterias, algas, hongos, celulosa microcristalina, vegetales y frutas.

42. El método de la Reivindicación 41, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas de madera purificadas, opcionalmente blanqueadas, producidas a partir de procesos de pulpeo al sulfito, kraft o kraft pre-hidrolizado; borra de algodón purificada; frutas; y vegetales.

43. El método de la Reivindicación 40, que comprende los pasos de:

52
M
7

- (a) derivar la celulosa con cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil cloruro trimetilamonio bajo condiciones alcalinas para producir 2-hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa;
- (b) suspender la 2-hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa en agua para formar una suspensión; y
- (c) homogeneizar dicha suspensión para producir 2-hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa microfibrilada.

44. El método de la Reivindicación 40, en donde dicho paso de derivación comprende poner en contacto una celulosa no-microfibrilar con un agente de hinchamiento.

45. El método de la Reivindicación 44, en donde además dicho contacto tiene lugar bajo condiciones alcalinas.

46. El método de la Reivindicación 44, en donde dicho agente de hinchamiento es un reactivo aniónico.

47. El método de la Reivindicación 46, en donde asimismo dichas condiciones alcalinas comprenden contactar la celulosa con dicho reactivo aniónico en presencia de un reactivo alcalino, el cual es por lo menos uno de hidróxido de sodio, un óxido o hidróxido de un metal alcalino alcalinotérreo, un silicato alcalino, un aluminato alcalino, un carbonato alcalino, una amina, hidróxido de amonio, hidróxido de tetrametil amonio, o combinaciones de los mismos.

48. El método de la Reivindicación 40, en donde dicho paso de derivación tiene lugar en sólidos altos.

49. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha carga catiónica comprende la presencia de grupos amina.

53
~~53~~

50. El método de la Reivindicación 40, en donde dicho paso de derivación comprende derivar la celulosa con un reactivo de amina cuaternaria.

51. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada comprende celulosa de amina cuaternaria.

52. El método de la Reivindicación 40, en donde dicho paso de microfibrilación comprende aplicar energía a dicha celulosa bajo condiciones suficientes para producir celulosa microfibrilar.

53. El método de la Reivindicación 52, que comprende también tratar con enzimas dicha celulosa no-microfibrilar antes de dicho paso de microfibrilación.

54. El método de la Reivindicación 52, que comprende aplicar por lo menos uno de homogeneización, bombeo, mezclado, calor, explosión de vapor, ciclo de presurización-despresurización, impacto, triturado, ultrasonido, explosión de microonda y molido a dicha celulosa no-microfibrilar.

55. El método de la Reivindicación 54, que comprende pasar dicha celulosa no-microfibrilar por un homogeneizador bajo condiciones suficientes para producir celulosa microfibrilar.

56. El método de la Reivindicación 55, en donde dichas condiciones comprenden pasar dicha celulosa no-microfibrilar por un diferencial de presión de por lo menos alrededor de 3,000 psi.

57. El método de la Reivindicación 56, que comprende además pasar dicha celulosa no-microfibrilar por dicho homogeneizador tres veces por lo menos.

54

58. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en todo un rango de concentración de desde alrededor de 0.01% a alrededor de 100% en agua.

59. El método de la Reivindicación 58, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en todo un rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 50% en agua.

60. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en por lo menos un punto en el rango de concentración de desde alrededor de 0.05% a alrededor de 0.99% en agua.

61. El método de la Reivindicación 60, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en una concentración de alrededor de 0.9% en agua.

62. El método de la Reivindicación 40, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es sustancialmente insoluble en el solvente de uso.

63. El método de la Reivindicación 62, en donde el solvente de uso es agua.

64. El método de la Reivindicación 63, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es celulosa microfibrilar derivada que tiene un grado de sustitución de menos de alrededor de 0.5.

65. El método de la Reivindicación 64, en donde dicho grado de sustitución es menos de alrededor de 0.35.

66. El método de la Reivindicación 65, en donde dicho grado de sustitución es menos de alrededor de 0.2.

SS
20

67. El método de la Reivindicación 66, en donde dicho grado de sustitución es menos de alrededor de 0.18.

68. El método de la Reivindicación 67, en donde dicho grado de sustitución es menos de alrededor de 1.15.

69. El método de la Reivindicación 64, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada tiene un grado de sustitución de entre alrededor de 0.02 y alrededor de 0.5.

70. El método de la Reivindicación 69, en donde dicho grado de sustitución está entre alrededor de 0.05 y alrededor de 0.2.

71. El método de la Reivindicación 43, en donde dicha 2-hidroxi-3-(cloruro trimetilamonio)-propilcelulosa tiene un grado de sustitución de menos de alrededor de 2.0.

72. El método de la Reivindicación 71, en donde dicho grado de sustitución es menos de alrededor de 0.35.

73. El método de la Reivindicación 72, en donde dicho grado de sustitución está entre alrededor de 0.02 y alrededor de 2.0.

74. El método de la Reivindicación 73, en donde dicho grado de sustitución está entre alrededor de 0.1 y alrededor de 0.2.

75. Celulosa microfibrilar derivada producida por el método de la Reivindicación 40.

76. Celulosa microfibrilar derivada producida por el método de la Reivindicación 43.

56

77. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 40, en donde dicha carga catiónica comprende la presencia de grupos amina.

78. Un método para modificar las propiedades reológicas de una composición de materia, comprendiendo dicho método el paso de incorporar, en dicha composición de materia, celulosa microfibrilar derivada que se deriva para incluir un sustituyente que proporciona carga catiónica, asimismo en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

79. El método de la Reivindicación 78, en donde dicha composición comprende un líquido.

79. El método de la Reivindicación 78, en donde dicha composición comprende un líquido.

80. El método de la Reivindicación 79, en donde dicho líquido es agua.

81. El método de la Reivindicación 80, que comprende usar dicha celulosa microfibrilar derivada en una cantidad efectiva para proporcionar control de escala y/o control de la corrosión.

82. El método de la Reivindicación 78, en donde dichas propiedades reológicas son por lo menos una de viscosidad, estabilidad de la suspensión, insensibilidad del gel a la temperatura, gelación reversible de corte, esfuerzo de cedencia, y retención de líquido.

83. El método de la Reivindicación 78, en donde dicha composición de materia es una composición alimenticia, farmacéutica, neutracéutica, para higiene personal, para fibra, papel, pintura, recubrimiento o construcción.

57
F

84. El método de la Reivindicación 83, en donde dicha composición de materia es un producto para higiene oral.

85. El método de la Reivindicación 83, en donde dicha composición de materia es una crema o loción para aplicación epidérmica.

86. El método de la Reivindicación 85, en donde dicha composición de materia es una crema o loción humectante, para la noche, anti-edad o bloqueadora solar.

87. El método de la Reivindicación 83, en donde dicha composición de materia es un alimento para untar.

88. El método de la Reivindicación 87, en donde dicho alimento para untar es un alimento para untar con contenido reducido de grasa, bajo en grasa, o libre de grasa.

89. El método de la Reivindicación 88, en donde dicho alimento para untar es una mayonesa con contenido reducido de grasa, baja en grasa, o libre de grasa.

90. El método de la Reivindicación 83, en donde dicha composición de materia es un fluido para perforación.

91. Un método para mejorar las propiedades físicas y/o mecánicas de una composición de recubrimiento mediante la incorporación, en dicha composición de recubrimiento, de una cantidad efectiva de una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, en donde además dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

58
H

92. El método de la Reivindicación 91, en donde dichas propiedades físicas y/o mecánicas incluyen por lo menos una de formación de película, nivelación, resistencia al escurrimiento, firmeza, durabilidad, dispersión, inundación, flotación y salpicadura.

93. El método de la Reivindicación 92, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada agrupa, adsorbe, precipita, o en cualquier otra forma inactiva sustancias nocivas disueltas.

94. Un método de mejorar por lo menos uno de encolado, resistencia, control de escala, drenado, desagüe, retención, clarificación, formación, adsorbencia, formación de película, formación de membrana y complexación de polielectrolitos durante la manufactura de papel, comprendiendo dicho método el paso de usar una celulosa microfibrilar derivada durante dicha manufactura, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, en donde aún más dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

95. El método de la Reivindicación 94, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada se usa como un auxiliar de drenado y/o como un componente de un agente encolante.

96. El método de la Reivindicación 94, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria.

97. El método de la Reivindicación 96, que comprende emplear dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria en una máquina de fabricación de papel para aumentar la velocidad de drenado y/o desagüe durante la manufactura de papel.

59

98. El método de la Reivindicación 97, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sílice coloidal; sílice coloidal modificado con aluminio; arcilla coloidal, derivados de almidón que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; derivados de goma de guar que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; gomas naturales o gomas naturales derivadas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; poliacrilamidas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; y combinaciones de los mismos.

99. El método de la Reivindicación 97, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sales de aluminio; sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado; complejos de sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado con especies orgánicas inorgánicas; y combinaciones de los mismos.

100. El método de la Reivindicación 97, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de: por lo menos un polímero de óxido de etileno, etilenimina, alilamina o vinilamina; por lo menos un copolímero o terpolímero de óxido de etileno; etilenimina, alilamina o vinilamina; y combinaciones de los mismos.

101. El método de la Reivindicación 96, que comprende usar dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria en una máquina de fabricación de papel para la retención de partículas orgánicas y/o inorgánicas dispersadas en una hoja de papel durante su manufactura.

102. El método de la Reivindicación 101, en donde dichas partículas dispersadas comprenden por lo menos uno de finos de pulpa, rellenos,

60
X
10

agentes de encolado, pigmentos, arcillas, materiales particulados inorgánicos nocivos, y combinaciones de los mismos.

103. El método de la Reivindicación 101, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sílice coloidal; sílice coloidal modificado con aluminio; arcilla coloidal, derivados de almidón que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; derivados de goma de guar que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; gomas naturales o gomas naturales derivadas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; poliacrilamidas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; y combinaciones de los mismos.

104. El método de la Reivindicación 101, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sales de aluminio; sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado; complejos de sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado con especies orgánicas o inorgánicas; y combinaciones de los mismos.

105. El método de la Reivindicación 101, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de: por lo menos un polímero de óxido de etileno, etilenimina, alilamina o vinilamina; por lo menos un copolímero o terpolímero de óxido de etileno; etilenimina, alilamina o vinilamina; y combinaciones de los mismos.

106. El método de la Reivindicación 96, que comprende usar dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria en una máquina de fabricación de papel para mejorar la uniformidad de formación de una hoja de papel durante su manufactura.

67
20

107. El método de la Reivindicación 106, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sílice coloidal; sílice coloidal modificado con aluminio; arcilla coloidal, derivados de almidón que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; derivados de goma de guar que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; gomas naturales o gomas naturales derivadas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; poliacrilamidas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; y combinaciones de los mismos.

108. El método de la Reivindicación 106, en donde asimismo dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sales de aluminio; sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado; complejos de sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado con especies orgánicas o inorgánicas; y combinaciones de los mismos.

109. El método de la Reivindicación 106, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de: por lo menos un polímero de óxido de etileno, etilenimina, alilamina o vinilamina; por lo menos un copolímero o terpolímero de óxido de etileno; etilenimina, alilamina o vinilamina; y combinaciones de los mismos.

110. El método de la Reivindicación 96, que comprende usar dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria en una máquina de fabricación de papel para mejorar la resistencia de una hoja de papel producida en una máquina de papel.

111. El método de la Reivindicación 110, en donde además dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sílice coloidal; sílice coloidal modificado

62
M
X
O

con aluminio; arcilla coloidal, derivados de almidón que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; derivados de goma de guar que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; gomas naturales o gomas naturales derivadas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; poliacrilamidas que contienen funcionalidad de ácido carboxílico; y combinaciones de los mismos.

112. El método de la Reivindicación 110, en donde adicionalmente dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de por lo menos uno de: sales de aluminio; sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado; complejos de sales de aluminio hidrolizado o parcialmente hidrolizado con especies orgánicas o inorgánicas; y combinaciones de los mismos.

113. El método de la Reivindicación 110, en donde también dicha celulosa microfibrilada funcionalizada con amina cuaternaria se usa en presencia de: por lo menos un polímero de óxido de etileno, etilenimina, alilamina o vinilamina; por lo menos un copolímero o terpolímero de óxido de etileno; etilenimina, alilamina o vinilamina; y combinaciones de los mismos.

114. Un método para mejorar la estabilidad de un sistema de emulsión, dispersión o espuma, comprendiendo dicho método el paso de incluir, en el sistema, una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, en donde aún más dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

115. El método de la Reivindicación 114, en donde dicho sistema comprende una emulsión, en donde además dicha emulsión se produce mediante el procesamiento de una formulación de emulsión.

63
X
O

116. El método de la Reivindicación 115, en donde además dicha celulosa microfibrilar derivada se añade a dicha formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento de dicha formulación de emulsión.

117. El método de la Reivindicación 115, en donde una celulosa no-microfibrilar derivada se añade a dicha formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento de dicha formulación de emulsión, y dicha formulación de emulsión se procesa bajo condiciones suficientes para microfibrilar dicha celulosa no-microfibrilar derivada, mediante lo cual se produce dicha celulosa microfibrilar derivada.

118. El método de la Reivindicación 115, en donde una celulosa microfibrilar no-derivada se añade a dicha formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento de dicha formulación de emulsión, y dicha formulación de emulsión se procesa aún más bajo condiciones suficientes para derivar dicha celulosa microfibrilar no-derivada.

119. El método de la Reivindicación 115, en donde una celulosa no-microfibrilar no-derivada se añade a dicha formulación de emulsión antes de concluir el procesamiento de dicha formulación de emulsión, y dicha formulación de emulsión se procesa aún más bajo condiciones suficientes para microfibrilar y derivar dicha celulosa no-microfibrilar, no-derivada.

120. El método de la Reivindicación 114, en donde dicho sistema es una emulsión agua-en-aceite o aceite-en-agua.

121. El sistema producido por el método de la Reivindicación 114.

122. Un sistema que comprende una emulsión, dispersión o espuma que contiene una celulosa microfibrilar derivada, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, aún más en donde dicha celulosa microfibrilar

64
2
6

derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

123. Un complejo de polielectrolito que comprende una celulosa microfibrilar derivada que incluye un sustituyente que proporciona carga catiónica, aún más en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

124. Un método para tratar agua residual que incluye el paso de agregar, al agua residual, una cantidad suficiente de una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos de 1%.

125. El metodo de la Reivindicación 124, en donde dicha agua residual contiene por lo menos uno de contaminantes aniónicos o cuerpos de color.

65
X
O

CELULOSA MICROFIBRILAR ESTABILIZADA
EXTRACTO DE LA REVELACIÓN

Una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para contener un sustituyente que provee carga catiónica. Un método para producir una celulosa microfibrilar derivada para incluir un sustituyente que proporciona carga catiónica, el cual puede incluir derivar una celulosa microfibrilar para obtener una celulosa microfibrilar derivada, microfibrilar una celulosa no-microfibrilar derivada para producir una celulosa microfibrilar derivada, o microfibrilar y derivar una celulosa no-microfibrilar sustancialmente en forma simultánea. Un método para modificar las propiedades reológicas de una composición de materia utilizando celulosa microfibrilar derivada. Métodos para mejorar recubrimientos, manufactura de papel y la estabilidad de emulsiones, dispersiones y espumas utilizando una celulosa microfibrilar derivada. Composiciones que incorporan celulosa microfibrilar derivada, incluyendo composiciones de papel, composiciones comestibles, composiciones esparcibles no-comestibles, y emulsiones, dispersiones y espumas.

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

~~PATENTE DE INVENCION~~ []

MODELO DE UTILIDAD []

- Indicación de que se solicita la concesión de una patente []
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud. []
- Descripción de la invención []
- Dibujos de ser estos pertinentes []
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial. []
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud. []
- Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño. []
- Comprobante de pago de las tasas establecidas. []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

ESQUEMA DE TRAZADO []

- Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de trazado. []
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud. []
- Representación gráfica del esquema de trazado []
- Comprobante de pago de las tasas establecidas. []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

Firma Responsable

F SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Indicación: 0161643 00000000 Relius: co
Fecha (Año): 0001-03-07 11:44:09
Tramite: 002 PRIORIDAD 0 1 0001000/ 011 0000000
Dependencia: 2000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5 y 10
Conmutador: 334 12 21-2-3-4
Fax: 281 31 25 e-mail: info@ic.gov.co
Santa Fe de Bogotá D.C. - Colombia.

AS: 84.337

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Asistencia y orientación técnica
Fecha ingreso solicitud: 11/02/01
Inventor: Dr. Francisco J. Hernández
Dependencia: Subdivisión de Patentes

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
2000-3

9001 - 10459

Marzo 7/2001

①

SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad.

②

SOLICITANTE
(71)

Nombre: HERCULES INCORPORATED

Dirección: AT 1313 N. Market, Street,
Hercules Plaza, Wilmington,
Delaware 19894-0001,
Teléfono: Fax:

E-mail:

Domicilio: Estados Unidos de América

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NT ☐C.E. ☐ Otro ☐

Número _____

③

REPRESENTANTE
O APODERADO
(72)

Nombre: RAMIRO CASTRO DUQUE

Dirección: Cra 7 No. 16-56 Piso 9

Teléfono: 3-802200 Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NT ☐C.E. ☐ Otro ☐

Número 170.322 TP1003

④

INVENTOR (ES)
(73)

Nombre: En Hoja Anexa

Dirección:

Teléfono: Fax:

E-mail:

Domicilio

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ Otro ☐C.E. ☐

Número _____

⑤

Título (54)

CELULOSA MICROFIBRILAR ESTABILIZADA

⑥

Clasificación Internacional (51)

C08L 1/02

⑦

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

US

(32) Fecha

00-03-09

(31) Número de Solicitud

09/522,032

⑧

Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:

6 meses ☐12 meses ☐18 meses ☐Otro ☐

⑨

Comprobante de pago No. 7.141-6.854-7.110

Fecha Febrero 2001

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

**FORMULARIO ÚNICO DE RENUNCIA A DERECHOS
SOBRE SIGNOS DISTINTIVOS**

①

SOLICITUD DE RENUNCIA :

☐ Total.

☐ Parcial.

☐ Registro de Marca.

☐ Registro de Marca Colectiva.

☐ Registro Marca de Certificación.

☐ Registro Lema comercial.

☐ Autorización de Uso de una Denominación de Origen.

②

SOLICITANTE

Nombre:

Dirección:

Nacionalidad o Domicilio:

Lugar de Constitución:

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

③

**REPRESENTANTE
O APODERADO**

Nombre:

Dirección:

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

TP

Datos del Signo

④ Denominación del signo

⑤ No Expediente:

No Certificado

Vigencia

⑥ Clase

Descripción de los productos o servicios amparados actualmente:

Descripción de los productos o servicios a que se renuncia (si es parcial):

⑦ Comprobante de pago No.

Fecha

⑧ Anexos:

☐

Comprobante de pago de la tasa.

☐

Poderes, si fuere el caso.

☐

Autorización del titular del gravamen inscrito con anterioridad.

☐

Autorización de la Entidad correspondiente, en caso de inscripción anterior de medida cautelar.

☐

Documento que acredita la existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas jurídicas.

⑨

NOMBRE:

FIRMA:

C.C.

T.P.

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

Brigard & Castr
Abogados

Apartado 3892

Cra. 7 18-56
Bogotá - Colombia S.A.

Tel. Conn. 3802200
Tel./Fax: (57.1) 2827976
(57.1) 3802700

E.Mail:bricas@brigardycastro.com.co

84.337 - INVENTORES

1. Mary J. Cash
2837 Grubb Road,
Wilmington, Delaware 19810
Estados Unidos de América

2. Anita N. Chan
709 Ashford Road,
Sharpley, Wilmington,
Delaware 19803-2221
Estados Unidos de América

3. Herbert T. Conner
121 Glennann Drive
Landenberg, Pennsylvania 1950
Estados Unidos de América

4. Patrick J. Cowan
13 Bernard Blvd
Quail Ridge
Hockessin, Delaware 19707
Estados Unidos de América

5. Robert A. Gelman
507 Langwater Drive
Newark, Delaware 19711
Estados Unidos de América

6. Kate M. Lusvardi
7 Cadinal Lane
Chadds Ford, Pennsylvania 19317
Estados Unidos de América

7. Samuel A. Thompson
113 Glenside Avenue
Wilmington, Delaware 19808
Estados Unidos de América

8. Frank P. Tise
5907 Stone Pine Road
The Pines
Wilmington, Delaware 19808
Estados Unidos de América

Camera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 9570



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

FORMULARIO ÚNICO DE CANCELACIÓN

①

SOLICITUD DE CANCELACIÓN DE:

- ☐ Registro de Marca de Productos o Servicios.
☐ Registro de Marca Colectiva.
☐ Registro de Marca de Certificación.
☐ Registro de Lemas Comerciales.
☐ Autorización de Uso de una Denominación de Origen.

SOLICITANTE

Nombre:

Dirección:

Nacionalidad o Domicilio:
Lugar de Constitución:

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

②

REPRESENTANTE O APODERADO

Nombre:

Dirección:

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____ TP _____

DENOMINACIÓN DEL SIGNO A CANCELAR:

Expediente No:

Certificado N°:

Vigencia:

Clase:

Titular:

Domicilio:

Representante:

Dirección:

FUNDAMENTOS DE LA CANCELACIÓN: ☐ Total ☐ Parcial

CAUSAL INVOCADA: ☐ Falta de uso ☐ Notriedad ☐ Vulgarización

JUSTIFICACIÓN: _____

③

DESCRIPCIÓN DEL INTERÉS LEGÍTIMO: _____

④

Comprobante de pago No. _____ Fecha _____

Anexos:

- ☐ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
☐ Poder, si fuere el caso
☐ Certificado de existencia y representación legal, cuando el solicitante sea persona jurídica
☐ Pruebas de los fundamentos de la solicitud de cancelación, si fuere el caso.

70 69.7
\$

LO QUE REIVINDICO/REIVINDICAMOS ES:

1. Una celulosa microfibrilar derivada, que se deriva para comprender un sustituyente que proporciona carga catiónica, además en donde dicha celulosa microfibrilar derivada es capaz de formar un gel en agua en una concentración de menos del 1%.

2. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas químicas, pulpas mecánicas, pulpas termomecánicas, pulpas químicas termomecánicas, fibras recicladas, papel periódico, algodón, vainas de soya, vainas de frijol, farfollas de maíz, lino, cáñamo, yute, ramio, kenaf, cáñamo de manila, cáñamo de sisal, bagazo, maíz, trigo, bambú, velonia, bacterias, algas, hongos, celulosa microcristalina, vegetales y frutas.

3. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 2, en donde dicha celulosa se obtiene de por lo menos una de pulpas de madera purificadas, opcionalmente blanqueadas, producidas a partir de procesos de pulpeo al sulfito, kraft o kraft pre-hidrolizado; borra de algodón purificada; frutas; y vegetales.

4. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicho sustituyente comprende una amina.

5. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 4, en donde dicho sustituyente comprende una amina cuaternaria.

6. La celulosa microfibrilar derivada de la Reivindicación 1, en donde dicha celulosa microfibrilar derivada forma un gel en todo el rango de concentración de entre alrededor de 0.01% y alrededor de 100% en agua.



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

FORMULARIO ÚNICO DE RENOVACIÓN

1 SOLICITUD DE RENOVACIÓN DE:		
☐ Marca.	☐ Autorización de Uso de Denominación de Origen.	
☐ Lema Comercial.	☐ Nombre Comercial.	
2 SOLICITANTE	Nombre:	IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número _____
	Dirección:	
	Nacionalidad o Domicilio: Lugar de Constitución:	
	Teléfono: _____ Fax: _____ E-mail: _____	
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre:	IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número _____ TP _____
	Dirección:	
	Teléfono: _____ Fax: _____ E-mail: _____	
4 SIGNO A RENOVAR DENOMINACIÓN DEL SIGNO: _____		
Expediente No: _____ Certificado de Registro No: _____ Vigencia: _____		
Clase: Descripción de los productos o servicios (Si desea limitar los indicados en el registro original) _____ _____ _____ _____ Marca Asociada (Si es lema): Certificado: Vigencia:		
5 DESCRIPCIÓN DEL INTERÉS LEGÍTIMO: _____ _____ _____		
6 Comprobante de pago No.: _____ Fecha: _____		
7 Anexos: ☐ Comprobante de pago de la tasa. ☐ Poderes, si fuere el caso. ☐ Documentos que acreditan la existencia y representación legal, si fuere el caso. ☐ Documentos que acrediten el legítimo interés, si fuere el caso.		
8 NOMBRE: _____ FIRMA: _____ C.C. _____ T.P. _____		

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

Fecha: 24 de abril del 2001.

Facultad para desistir y sustituir si.

Bogotá, D.C., Colombia



71
92

2020
Bogotá, D.C.

Doctor
RAMIRO CASTRO DUQUE
Apoderado

REFERENCIA:

Radicación No.	01-18459
Trámite	002
Evento	001
Actuación	430
Oficio No.	1337
Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica que:

- Debe allegar copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente otorgado por el inventor al solicitante o a su causante (art. 28-k, Dec 486/2000).

En cumplimiento del artículo 39 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le requiere para que dentro del término de dos (2) meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el artículo 8 de la Resolución Reglamentaria No. 210 del 15 de enero del 2001.

ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

03 MAYO 2001

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha _____.

Se recuerda al interesado que debe presentar, dentro de los dieciséis meses siguientes contados a partir de la fecha de presentación de la solicitud cuya prioridad se invoca, copia de la misma certificada por la autoridad que la expidió y, en los casos en que haya lugar, la traducción simple del capítulo reivindicatorio. El incumplimiento de este plazo, acarreará la pérdida de la prioridad invocada.

202027/202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 382 2695
E-mail: Info@sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia