



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

PCT
SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

05-98940

21 EXPEDIENTE No.

54 TITULO DISPERSION

51 CLASIFICACION INTERNACIONAL

71 SOLICITANTE AKZO NOBEL N.V.

DOMICILIO Arnhem, Holanda.

74 APODERADO EMILIO FERRERO

C.C. 438.019 de Usaquén.

22 BOGOTA, D.C.,


Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

PETITORIO

Radicación : 05098944 00000000

Folios: 61

Fecha (AMD): 2005-09-29 17:36:24

Tramite : 011 PCT-PATENT 3/9 FASE NACI 411 PRESENTAC

Dependencia: 2000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

**FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL**
SOLICITUD DE:

1

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☐ Capítulo I.

☒ Capítulo II.

2

**SOLICITANTE
(71)**

 Nombre: **AKZO NOBEL N.V.**
sociedad constituida y existente bajo las
leyes de Holanda.

 Dirección: P.O. Box 9300, NL-6800 SB
Arnhem
Holanda

Domicilio: Arnhem Holanda

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

3

**REPRESENTANTE
O APODERADO**

 Nombre: **EMILIO FERRERO**
Dirección: Carrera 4ª. No. 72-35
Teléfono: 347 36 11
Fax: 211 86 50
E-mail: clientes@camyp.com
Domicilio: Bogotá, Colombia.

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☒

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

 Número 438.019 T.P 31.929

4

**INVENTOR (ES)
(72)**

 1. **Ralf KRUCKEL**
Bahnhofstrasse 9, 52379
Langerwehe
Alemania

5

PCT (86)

 Solicitud Internacional No. PCT/SE2004/000306

 Fecha: 4 de marzo de 2004

 Publicación Internacional No. WO 2004/088036 A1

 Fecha: 14 de octubre de 2004

6

Título (54)
DISPERSION

ver folio 67

7

Clasificación Internacional (51) D21H 21/16

8

Prioridad

 SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

EP

(32) Fecha

1 de abril de 2003

(31) Número de Solicitud

03445042.9

9

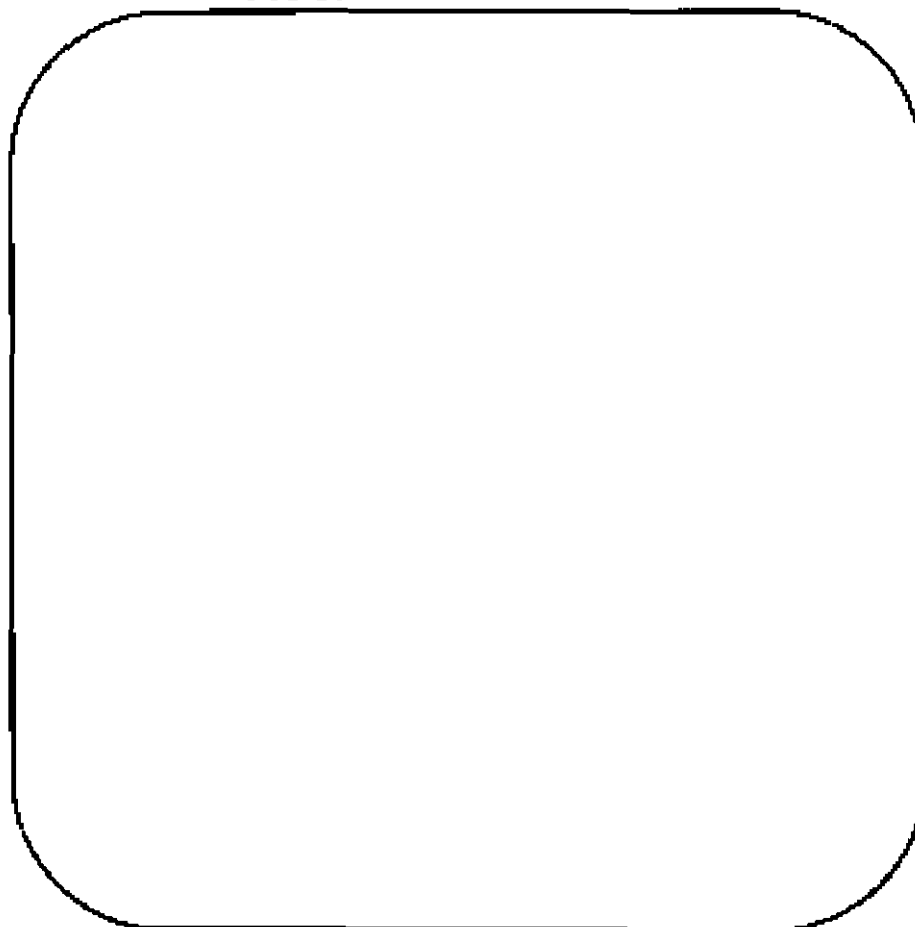
Comprobante de pago No.: 05-72,311
Fecha: Septiembre 19 de 2005

10

Anexos.

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 443 000 co.
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad
- ☒ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso
- ☒ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción reivindicaciones dibujos)
- ☒ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA
- ☐ 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
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud
- ☒ Otros VER HOJA DE DOCUMENTOS ANEXOS

11

FIGURA CARACTERISTICA

12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE

EMILIO FERRERO

FIRMA

C C 438 019 de Usaquén T P 31 929

DOCUMENTOS ANEXOS

- 1 ☒ **Publicación Internacional WO 2004/088036 A1**
Descripción
Páginas 13 en el idioma original
Páginas 26 en español
Reivindicaciones Numero (s) 18
Figuras Numero (s) _____
- 2 ☐ **Forma PCT/RO/101 PCT Request**
- 3 ☐ **Forma PCT/RO/106 Invitation to Correct Defects**
- 4 ☒ **Forma PCT/ISA/210 Informe de Búsqueda Internacional**
- 5 ☐ **Forma PCT/ISA/220 Notificación De La Transmisión Del Informe De Búsqueda Internacional Y De La Opinión Escrita De La Administración Encargada De La Búsqueda Internacional, O De La Declaración**
- 6 ☐ **Forma PCT/ISA/237 Opinión Escrita De La Administración Encargada De La Búsqueda Internacional**
- 7 ☐ **Forma PCT/IB/304 Notification Concerning Submission Or Transmittal Of Priority Document**
- 8 ☐ **Forma PCT/IB/306 Notification Of The Recoding Of A Change**
Descripción De Modificación

- 9 ☐ **Forma PCT/IB/308. Notice Informing The Applicant Of The Communication Of The International Application To The Designated Offices**
- 10 ☐ **Forma PCT/IB/332 Information Concerning Elected Offices Notified Of Their Election**
- 11 ☐ **FORMA PCT/IB/345. Communication in cases for which no other form is applicable**

- 12 ☐ **Forma PCT/IPEA/401 PCT Demand**
- 13 ☐ **Forma PCT/IPEA/402 Notification Of Receipt Of Demand By Competent International Preliminary Examining Authority**
- 14 ☐ **Forma PCT/IPEA/408 Written Opinion**
- 15 ☐ **Forma PCT/IPEA/416. Notification Of Transmittal Of The International Preliminary Examination Report.**
- 16 ☒ **Forma PCT/IPEA/409 Informe Del Examen Preliminar Internacional**
- 17 ☐ **Traducción Al Español Del Informe Del Examen Preliminar Internacional**
18. ☐ **Traducción Al Español De Los Anexos Presentados Junto Con El Informe Del Examen Preliminar Internacional**
- 19 ☒ **Extracto de publicación**

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1 Country · Sweden

This public document

2 has been signed by Anne-Marie Bonde

3 acting in the capacity of Notary Public

4 bears the seal/stamp of

Notary Public in Stockholm

Certified

5. at Stockholm

6 the 14 4 2005

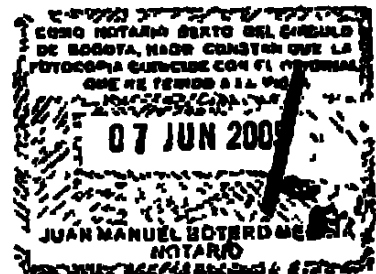
7 by Björn Sandin

Notary Public

8 No 707

9 Seal/stamp

10 Signature:



Representación y Poder con autenticación notarial y Apostille para patentes, modelos de utilidad, diseños industriales, marcas de fábrica, nombres comerciales, enseñas, nombres de dominio, lemas comerciales, licencias.

Representation and Power-of-Attorney with notarial authentication and Apostille for patents, utility models, industrial designs, trademarks, commercial names, trade emblems, domain names, slogans, licenses.

REPRESENTACION Y PODER

REPRESENTATION AND POWER OF ATTORNEY

Yo (nosotros), abajo firmado (s)/I (we), the undersigned

AKZO NOBEL N V

domiciliado (s) en/of

P.O. Box 9300 NL-6800 SR Arnhem, The Netherlands

por el presente nombramos a EMILIO FERRERO tpa. 31929 GONZALO PERDOMO tpa. 831 LUZ CLEMENCIA DU PAEZ tpa. 33555 y GERMAN CAVELIER tpa. 832, domiciliados en la Carrera la N° 72-35 Bogotá, Colombia, en obediencia a lo dispuesto en el parágrafo 1o del Artículo 543 del Código de Comercio, al primero como principal y los demás como suplentes, en su orden, como mis (nuestras) representantes en todos los asuntos de propiedad industrial con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales. El primer representante suplente reemplazará al principal en caso de ausencia o impedimento temporal o definitivo de aquél. La misma regla se aplicará cuando el segundo representante suplente haya de reemplazar al primero o al tercero al segundo. En tales casos, el representante principal, o el primero, o segundo suplente, en su caso, o ambos, declararán su ausencia de no ejercer la representación mediante declaración emitida por Notario Público en Colombia, o por Notario u otro Funcionario Público, o Consal de Colombia, en el extranjero y si se tratare de impedimento, con el certificado respectivo. Si alguno de los nombrados faltare definitivamente el siguiente tomará su lugar. Cuando cesare la ausencia o impedimento de representante principal, o de su primero o segundo suplente, en su caso, podrán ejercer la representación, en su orden, uno u otros según el caso, sucesivamente por el solo hecho de ejercerla, cesando en ese momento el ejercicio de la representación por el primero, segundo o tercer suplente en su caso.

Además, conferimos (conferimos) poder a los abogados arriba nombrados, para obtener la protección de mi (nuestra) propiedad industrial y contra la competencia desleal, a cuyo efecto autorizamos a los dichos apoderados para que me (nos) representen ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, especialmente ante las del orden administrativo, contencioso-administrativo y judicial, así como los tribunales de arbitramento, en

in due compliance with the terms of paragraph 1st. of art. 543 of the Commercial Code, do hereby appoint EMILIO FERRERO, tpa. 31929 GONZALO PERDOMO, tpa. 831 LUZ CLEMENCIA DU PAEZ, tpa. 33555 and GERMAN CAVELIER, tpa. 832 domiciled at Carrera 46 N° 72-35, Bogotá, Colombia, the first as principal and the others as alternates, in the order of their appointment as our representatives for all industrial property matters with faculty to receive notifications and to appoint attorneys in and out of Court. The first alternate shall replace the principal in case of his absence, or of temporal or definitive impediment. The same rule will apply when the second alternate representative is to replace the first one, or when the third is to replace the first or second alternates in their turn, or both of them, second. In such cases, the principal representative, or the first or second alternates in their turn, or both of them, shall state their intention not to act as representative through a declaration given before a Notary Public in Colombia, or before a Notary or another Public Official or a Colombian Consul abroad, and in case of impediment, the appropriate certificate shall suffice if any of the appointees were to be definitely absent, the following alternate shall take his place. When the absence or impediment of the principal representative, or of the first or second alternate in their turn ceases, the representation can be taken again in their sequence, by the principal, the first or second alternate, depending on case, and the mere fact of its exercise will suffice. The exercise of the representation by the last named or the alternates in their turn shall end at such time as such last named or alternate shall be absent. In addition, we grant (confer) power to the above named attorneys to obtain the protection of my (our) industrial property and against the unfair competition, for which purpose I (we) authorize the said attorneys to represent me (us) before any authority for receiving or exercising jurisdiction, especially the Administrative, Contencioso-Administrative and Judicial, as well as before Arbitration Court, at all

lo concerniente a los siguientes asuntos. a) Obtención de
tes de invención, modelos de utilidad y diseños industriales; el
tro de marcas de fábrica, colectivas, defensivas, de servicio,
s comerciales, nombres comerciales, enseñas, nombres de
inio variedades vegetales y denominaciones de origen, su
vación, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación
unaria; y el registro de licencias de uso de esos derechos; b) Las
iones de competencia desleal, protección del consumidor
osiciones u observaciones, cancelación administrativa y judicial
ilidad, medidas cautelares, concesión de licencias, la tutela, la
rotección de secretos industriales, y en general los juicios civiles,
enales, administrativos o contencioso-administrativos relacionados
on estos derechos; acciones y procesos que promovamos o se nos
promuevan Y para que en todos los asuntos arriba determinados,
puedan sustituir este mandato, transigir conciliar admitir los hechos
del proceso, desistir cancelar recibir renunciar y ratificar los actos
de agentes oficiosos.

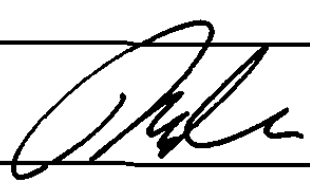
matters concerning the following: a) Obtainment of patents, utility
models and industrial designs, the registration of trademarks,
collective, defensive and service marks, slogans, commercial
names, trade emblems, domain names, vegetal varieties and
denominations of origin, its renewal, assignment, change of name or
domicile, voluntary cancellation, and the registration of licenses of
use of the above rights. b) Actions of unfair competition, protection
to the consumer oppositions or observations, administrative or Court
cancellation, nullity infringement, granting of licenses, the action for
writ mandamus, the protection of trade secrets, and in general the
civil, penal, and administrative suits relating to those rights: actions
and suits instituted by me (us) or against me (us). And that in all the
above matters they may substitute this Power of Attorney
compromise, conciliate, admit the facts of the case, desist, cancel
receive, resign, and ratify acts done by representatives without a
power of attorney

Dado y firmado hoy/Given and signed this

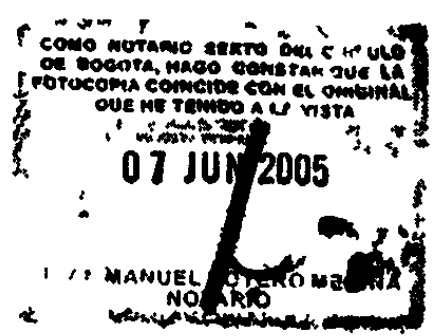
! Stockholm, 14th April 2005

por/by AKZO NOBEL N V

Firma/Signature



Johan NYANDER,
Authorized Signing Officer



CERTIFICACION NOTARIAL (SOCIEDAD)

I infrascripto Notario Certifica. Que la firma que antecede

es auténtica que el signatario desempeña actualmente el cargo de

de la compañía

sociedad que actualmente existe y está organizada de acuerdo a las leyes de

que la dirección de dicha compañía es

y que el signatario tiene facultad para otorgar este documento.

Todas las hechos anteriores le constan por haber examinado los documentos respectivos y de todo ello da fe

Dado y firmado en

Ciudad

País

Día del mes de de 200

NOTARIAL CERTIFICATION (COMPANY)

The undersigned Notary certifies That the preceding signature of

Johan Nyander

is authentic, that the signatory currently acts in the position of

Authorized Signing Officer

of the company AKZO NOBEL N V

a company currently existing and organized under the laws of

The Netherlands

that the address is

P O Box 9300, NL-6800 SB Arnhem

The Netherlands

and that the signatory has the power to grant this document

The Notary Public is aware and attests to the above facts upon examination of the corresponding documents

Given and signed in

City Stockholm

Country Sweden

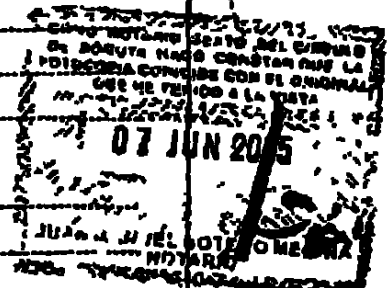
This 14 day of April 2005

APOSTILLE

Anne-Marie Bonde

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

- 1 Country _____
- 2 This public document _____
- 3 has been signed by _____
- 4 acting in the capacity of _____
- 5 bears the seal/stamp of _____
- 6 Certified _____
- 7 at _____ 6 the _____
- 8 by _____
- 9 No _____
- 10 Seal/stamp _____ Signature _____



8

TRADUCCIÓN OFICIAL No 06 02/05b realizada por Diego Vargas, Traductor Oficial, Resolución No 0001 de 1999 del Ministerio de Justicia y registrado ante el Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia

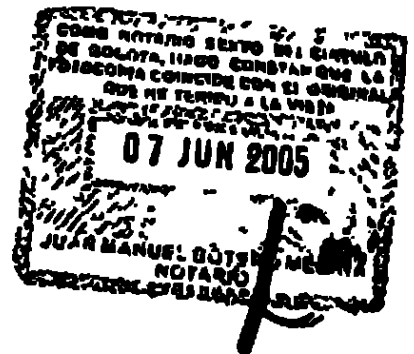
A continuación se traducen los sellos y legalizaciones de un documento mediante el cual AKZO NOBEL N V. domiciliad en P O Box 9300, NL-6800 SB Arnhem, Países Bajos, otorga derechos de representación y poder a los doctores EMILIO FERRERO, tpa 23 929, GONZALO PERDOMO tpa 831; LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ, tpa 23555 y GERMÁN CAVELIER, tpa 832 domiciliados en la Carrera 4 No 73-35, Bogotá D C , Colombia

Dado y firmado en Estocolmo el 14 de abril de 2005

Firma

Firma Ilegible

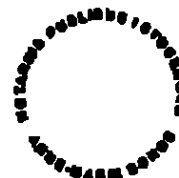
Johan NYANDER,
Funcionario Signatario Autorizado



AUTENTICACIÓN NOTARIAL (SOCIEDAD) por medio de la cual se certifica la firma del señor Johan Nyander en representación de AKZO NOBEL N V y adicionalmente se certifica que la anterior es una compañía actualmente existente y organizada de conformidad con las leyes de Países Bajos, que la dirección de dicha compañía es P O Box 9300, NL-6800 SB Arnhem, Países Bajos y que el signatario tiene poder para otorgar este documento

Dado y firmado en Estocolmo, Suecia el 14 de abril de 2005

Firma Ilegible
Anne-Marie Bonde



APOSTILLA

(Convention de La Haye du 5 octobre 1951)

1. País Suecia

Este documento público

2 ha sido firmado por Anne-Marie Bonde

3 actuando en capacidad de Notario Público

4 lleva el sello/estampilla de Notario Público de Estocolmo

Certificado

5 en Estocolmo

6 el 14 4 2005

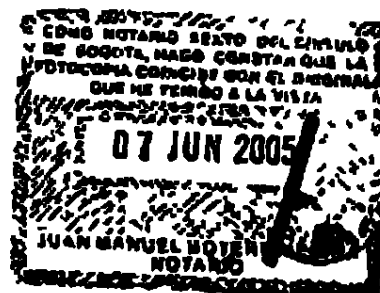
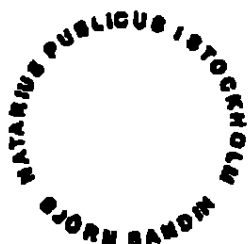
7 por Björn Sandin

Notario Público

8. No 707

9 Sello/estampilla

10 Firma



Firma Ilegible

Es traducción fiel y completa de la cual se deja copia en esta oficina para su confrontación

DVZ/ID-6772/WPCL002G/COLO 11214-841-031-2

Diego F. Vargas Z.
DIEGO F. VARGAS Z.
 TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
 ESPAÑOL - INGLÉS - INGLÉS - ESPAÑOL
 RES. 0001 DE ENERO 4 DE 1999
 MINISTERIO DE JUSTICIA

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

211

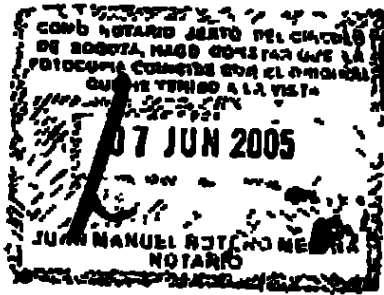


RETE DE LEGALIZACIONES
PAGADO

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES

272584
Diego Verzas
FAMA PRESENTE EL
DOCUMENTO DE CEFENA
IS FLECHAS INDICADAS

Diego Verzas
Dorrego
03 JUN 2005





374

Pe

CO

CESION

Yo, (nosotros) abajo firmado (s)

1

2

3

4

domiciliado(s) en

2

3

4

declaro(amos) bajo juramento ser autor(es) y verdadero(s)
inventor(es)

de la invención.

Dispersion

declaro(amos) así mismo que cada(amos) y
transfiero(amos), sin limitación, a favor de la sociedad

AKZO NOBEL NV

constituida y existente de conformidad con las leyes de

Holanda

domiciliada en

P O Box 9300, NL-6800

SB Arnhem, Holanda

todos los derechos inherentes a dicha invención y que la
citada Compañía queda facultada para solicitar en su nombre
la patente de invención correspondiente en la República de
Colombia.

ASSIGNMENT

I (we), the undersigned

1 KRÜCKEL, Ralf,
German citizen

2.

3

4

of Schöfenberg 33

1 Bahnhofstrasse 9, DE-52379 Langerwehe,
Germany

2

3

4

state(s) under oath to be sole and true inventor(s) of the
invention.

DISPERSTION

state as well that assign, without reservations or limitations in
favor of

AKZO NOBEL NV,

a corporation constituted and existing in conformity with the
laws of

The Netherlands

of P O Box 9300, NL-6800 SB Arnhem, The
Netherlands

all rights inherent to said invention and that the above
mentioned company hereby is enabled to apply in its name, for
the corresponding patent invention, in the Republic of
Colombia

Firma/Signature

Dado y firmado hoy/Given and signed this

1 KRÜCKEL, Ralf

2nd day of July
en/in 2005

Ralf Krückel

Firma/Signature

Dado y firmado hoy/Given and signed this

____ day of ____
en/in _____

2

Firma/Signature

Dado y firmado hoy/Given and signed this

____ day of ____
en/in _____

3

Firma/Signature

Dado y firmado hoy/Given and signed this

____ day of ____
en/in _____

CERTIFICACIÓN NOTARIAL (INDIVIDUO)

A los _____ días del mes de _____
de 200 ____ Ante mí, Notario Público de

compareció(eron) personalmente _____

a quien(es) doy fe de conocer y me consta que es(son) la(s)
persona(s) firmante(s) del documento que precede, y quien(es)
tiene(n) capacidad legal para otorgarlo

NOTARIAL CERTIFICATION (INDIVIDUAL)

On this _____ day of _____
200 ____ before me, a Notary Public of

personally appeared _____

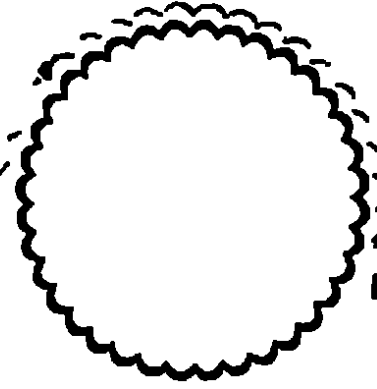
to me known, and known to me to be the person(s) who executed
that foregoing document, and who has(ave) legal capacity to
execute it.

SIGNATURE SEAL NOTARIO PÚBLICO-NOTARY PUBLIC SIGNATURES

U.R.Nr. 0430 für 2005

12

Ich beglaube hiermit die umseitige vor mir vollzogene Unterschrift des Herrn Ralf Krüchel, Chemieingenieur, geboren am 27. Februar 1967, wohnhaft in 52379 Langerwehe, Schafenberg 33, ausgewiesen durch Vorlage seines Personalausweises Nr. 5267922928, ausgestellt am 23. Dezember 1996 durch die Stadt Düren



Düren, den 01. Juli 2005

Dr. Rolf Contzen
Notar mit dem Amtssitz in Düren

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1 Land Bundesrepublik Deutschland

Diese öffentliche Urkunde

2 ist unterschrieben von Herrn Notar Dr. Contzen

3 in seiner Eigenschaft als Notar in Dürren

4 sie ist versehen mit dem Dienstsiegel des Notars

Bestätigt

5 in Aachen 6 am 4 Juli 2005

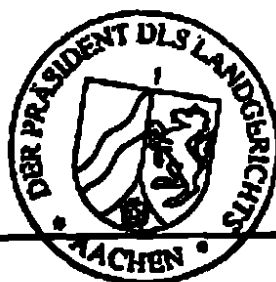
7 durch den Präsidenten des Landgerichts in Aachen

8. unter Nr. 91 aE - 13 443

9 Stempel

10 Unterschrift

In Vertretung




(Dr. Schell)

TRADUCCION OFICIAL No 10906

de un documento escrito en Alemán, efectuada por Luz Arriaga de Herber,
resolución del Ministerio de Justicia 599 del 6 de marzo 1978.-

Traducción de las legalizaciones en alemán que se encuentran a continuación de
un documento de cesión, escrito en español e inglés, por medio del cual el señor

KRÜCKEL, Ralf
Ciudadano alemán
domiciliado en Schafenberg 33,
DE-52379 Langerwehe, Alemania,

declara bajo juramento ser unico(s) y verdaderos inventor(s) de la invención

DISPERSIÓN

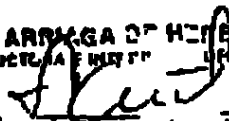
y que cede y transfiere sin limitación a la sociedad AKZO NOBEL N V, domiciliada
en P O Box 9300, NL-6800 SB Arhem, Holanda, todos los derechos inherentes a
dicha invención y que la citada compañía queda facultada para solicitar en su
nombre la patente correspondiente en la Republica de Colombia Hay una firma
ilegible del mencionado señor Dado y firmado el 1 de julio 2005

Protocolo notarial UR No 0430/2005

Certifico la autenticidad de la firma antecedente puesta ante mí por el señor Ralf
Krückel, Ing Químico, nacido el 27 de febrero 1967, domiciliado en 52379
Langerwehe Schafenberg 33, identificado mediante presentación de su cédula de
ciudadanía No 5267922928 expedida el 23 de diciembre de 1996 en la ciudad de
Düren

(Hilo y obla notarial)

Düren 01 julio 2005
Fdo firma ilegible
Dr Rolf Contzen
Notario de Düren

LUZ ARRAGA DE HERBER
TRADUCCION OFICIAL

Resolución No. 599 N.º 1 de 1978

APOSTILLE**(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)****1 País República Federal de Alemania****Este documento público****2 Ha sido firmado por el notario Dr Contzen****3 Actuando en calidad de notario de Düren****4 Lleva el sello oficial del notario****Certificado****5 en Aachen****6 el 04 de julio de 2005****7 por el Presidente del Tribunal Regional de Aachen****8 bajo el No 91 aE – 13 443 ✓****9 Sello****10 Firma****(sello redondo No 1)****Fdo firma ilegible****El Presidente del Tribunal Regional de Aachen****(Dr Scheiff)****ES TRADUCCION FIEL Y COMPLETA, de la cual se deja copia en los archivos de estas oficinas para su confrontación****Bogotá, 26 de agosto 2005****C 1653**

LUZ ARRIAGA DE HERBER
TRADUCCION FIEL Y COMPLETA
Luz Arriaga de Herber
Resolución No 599 Minjusticia

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2005 AUG 29 A 9 12

luc

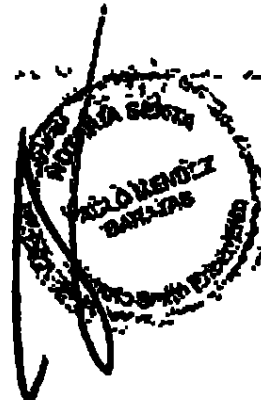
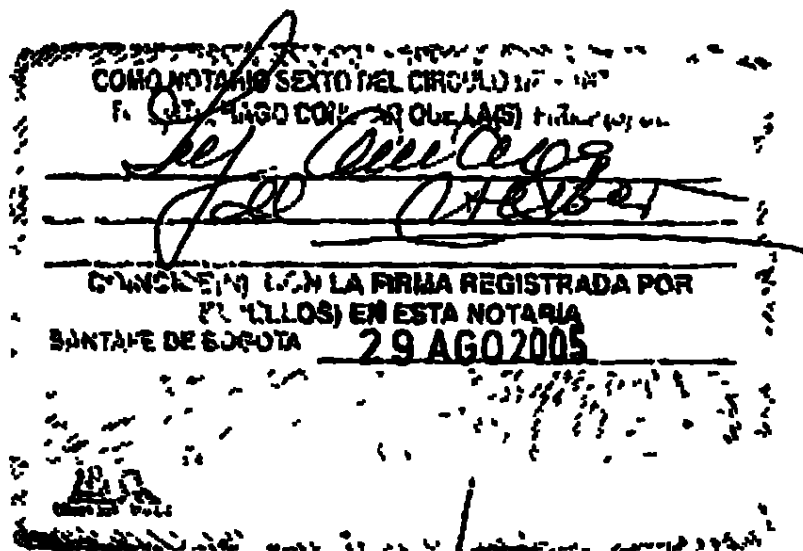
JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

462839

man

CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO CUYA FIRMA
LAS FUNCIONES INDICADAS



DISPERSION

The present invention relates to an aqueous dispersion comprising a cellulose reactive sizing agent, a cellulose non-reactive sizing agent and an emulsifier, its preparation, and use thereof in paper making

5 Cellulose reactive sizes such as those based on alkyl ketene dimer (AKD) and alkaryl succinic anhydride (ASA), are widely used for internal sizing in papermaking. They generally provide good internal sizing even in low dosages. However, it has been experienced that under some circumstances the efficiency of conventional cellulose reactive
10 sizing agents is not fully satisfactory, for example when used with stocks having a high cationic demand and containing substantial amounts of lipophilic wood extractives, such as resin acids, fatty acids, fatty esters, triglycerides, etc.

It has also been suggested to use cellulose reactive sizing agents for surface sizing, but it has been found that they may cause problems with size reversion, toner adhesion and high speed paper converting.

15 Cellulose non-reactive sizes have so far mainly been used for surface sizing. Examples of such materials are starch and other polymeric sizes such as copolymers of styrene with vinyl monomers such as maleic anhydride, acrylic acid and its alkyl esters, acrylamide, etc. Cellulose non-reactive sizes generally exhibit improved toner adhesion, little or no effect on coefficient of friction, no effect, or an improved effect on high speed
20 converting, and no size reversion when compared to reactive sizes. However, they are less efficient at sizing than the cellulose reactive sizes.

Cellulose reactive sizes are generally provided in the form of dispersions containing an aqueous phase and finely divided particles or droplets of the sizing agent dispersed therein. The dispersions are usually prepared with the aid of a dispersant system consisting
25 of an anionic compound, e.g. sodium lignosulfonate, in combination with a high molecular weight amphoteric or cationic polymer, e.g. cationic starch, polyamine, polyamide amine or a vinyl addition polymer. Depending on the overall charge of the compounds of the dispersant system, the size dispersions will be cationic or anionic in nature.

US Patent 5969011 discloses an improved aqueous dispersion of a cellulose-
30 reactive sizing agent dispersed in the aqueous phase by means of a dispersant system comprising a low molecular weight cationic organic compound and an anionic stabiliser.

WO 02/060653 discloses a sizing composition comprising a sizing agent, a non-ionic surfactant, an anionic surfactant and a monohydric alcohol.

US Patent 4529447 discloses a sizing composition comprising a carboxylic acid
35 anhydride and a polyoxyalkylene non-ionic surfactant blocked with a lower alkyl, acyl or carbamoyl group and/or an alkaline earth metal salt of a sulfur-containing anionic surfactant.

EP-A1-151845 discloses a sizing agent composition based on alkyl-succinic anhydride.

US Patent 5498642 discloses a paper size mixture prepared by mixing a suspension of cationic starch with a polymer dispersion and emulsifying a alkylketene in this mixture. However, such formulations are predominantly cationic and have been found to interfere with anionic components used in paper making, particularly optical brightening agents.

US Patent 6162328 discloses a process for the production of paper in which cellulose reactive size that is not solid at 25°C and a cellulose non-reactive size that is a polymer of weight average molecular weight greater than about 1500 are applied to paper obtained by sheeting and drying an aqueous pulp suspension. However, it has been found difficult to provide dispersions of high stability comprising both a cellulose reactive size and a cellulose non-reactive size, particularly for anionic dispersions.

It is an object of the invention to provide a dispersion of high stability comprising a cellulose reactive sizing agent.

It is another object of the invention to provide a dispersion comprising a cellulose reactive sizing agent and a cellulose non-reactive sizing agent.

It is still another object of the invention to provide a size of high efficiency for internal sizing.

It is a further object of the invention to provide a size of high efficiency for surface sizing.

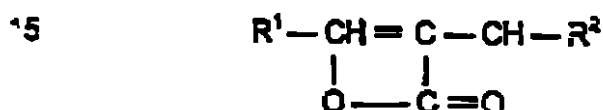
It has surprisingly been found possible to obtain stable dispersions of cellulose reactive and cellulose non-reactive sizing agents by using a certain kind of emulsifier. Thus the invention concerns an aqueous dispersion useful for internal sizing or surface sizing in the production of paper, comprising at least one cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketene dimers and multimers, at least one cellulose non-reactive sizing agent, and at least one emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate and sulfate esters (the latter also being called oxyalkylene sulfonates), and salts thereof, of which oxyalkylene phosphate esters and salts thereof are most preferred.

The weight ratio between the cellulose reactive sizing agent and the cellulose non-reactive sizing agent is preferably from about 1:99 to about 99:1, most preferably from about 1:9 to about 9:1. In a dispersion for internal sizing, suitable for being added to a stock containing cellulosic fibres, the weight ratio preferably is from about 1:4 to about 99:1, most preferably from about 1:1 to about 9:1, while in a dispersion for surface sizing, suitable for being added to a paper web, the weight ratio preferably is from about 1:99 to about 1:1, most preferably from about 1:9 to about 1:1.5.

Preferably, the dispersion also comprises at least one cationic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000 or at least one anionic stabiliser, or both which is most preferred.

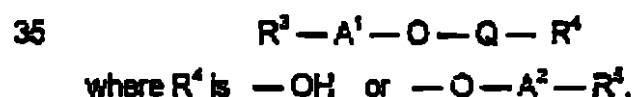
In the most preferred embodiment the dispersion thus comprises a cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketene dimers and multimers, a cellulose non-reactive sizing agent and a dispersing system comprising an emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate and sulfate esters and salts thereof, a cationic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000 and an anionic stabiliser.

The amount of ketene dimers and multimers in the dispersion is preferably from about 0.1 to about 50 wt%, most preferably from about 0.5 to about 50 wt%. Preferably at least one hydrophobic ketene dimer is present. Preferred ketene dimers have the general formula



where R^1 and R^2 represent the same or different saturated or unsaturated hydrocarbon groups such as alkyl, alkenyl, cycloalkyl, aryl or aralkyl. The hydrocarbon groups preferably have from 6 to 36 carbon atoms, most preferably from 12 to 20 carbon atoms. Examples of hydrocarbon groups include octyl, decyl, dodecyl, tetradecyl, hexadecyl, octadecyl, eicosyl, docosyl, tetracosyl, phenyl, benzyl, beta-naphthyl, cyclohexyl and hexadecyl groups. Preferred hydrocarbon groups are straight or branched chain alkyl groups such as hexadecyl and octadecyl groups. Useful ketene dimers also include those prepared from organic acids such as montanic acid, naphthenic acid, 9,10-decylenic acid, 9,10-dodecylenic acid, palmitoleic acid, oleic acid, ricinoleic acid, linoleic acid, eleostearic acid, naturally occurring mixtures of fatty acids found in coconut oil, babassu oil, palm kernel oil, palm oil, olive oil, peanut oil, rape oil, beef tallow, lard, whale blubber, and mixtures of any of the above named fatty acids with each other.

The amount of emulsifier selected from oxyalkylene phosphate and sulfate esters and salts thereof in the dispersion is preferably from about 0.01 to about 10 wt%, most preferably from about 0.1 to about 5 wt%. Preferred phosphate and sulfate esters fall under the formula:



A^1 and A^2 , independently of each others, are oxyalkylene chains, preferably with from 2 to 100 oxyalkylene units, most preferably with from 3 to 50 oxyalkylene units, particularly most

preferably with from 5 to 20 oxyalkylene units,

Q is $\text{PO}(\text{CH}_2)_n$ or SO_2 , of which $\text{PO}(\text{CH}_2)_n$ is preferred; and,

R^3 and R^4 , independently of each others, are hydrocarbon groups, preferably having from 3 to 50 carbon atoms, most preferably from 8 to 20 carbon atoms

5 The hydrocarbon groups may, for example, be alkyl, alkenyl, cycloalkyl, aryl or aralkyl, of which aliphatic groups and particularly alkyl groups are preferred. The oxyalkylene chains preferably consist of oxyethylene units, oxypropylene units or a mixture thereof, of which pure oxyethylene chains are most preferred. The most preferred emulsifiers belong to the group of aliphatic mono and di (polyoxyethylene alkyl) phosphate esters having one or
10 two oxyethylene chains each comprising from 5 to 15 moles ethylene oxide and where the alkyl group(s) have from 10 to 15 carbon atoms. Examples of such polyoxyethylene alkyl phosphate esters include etoxylated tridecyl phosphate esters. Most preferably a mixture of mono and di (polyoxyalkylene alkyl) esters of phosphate is used.

As already stated, the emulsifier may also be one or more salt of compounds as
5 described above, preferably ammonium or alkali metal salts, such as sodium or potassium salts, but also salts of other metals such as magnesium or calcium are possible.

If a cationic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000 is present, the amount thereof in the dispersion is preferably from about 0.01 to about 5 wt%, most preferably from about 0.1 to about 2 wt%. The cationic organic
20 compound preferably contains one or more cationic groups of the same or different types and most preferably include cationic compounds having one cationic group and cationic compounds having two or more cationic groups, i.e. cationic polyelectrolytes. Examples of suitable cationic groups include sulfonium groups, phosphonium groups and addition salts of primary, secondary and tertiary amines or amino groups and quaternary ammonium
25 groups, for example where the nitrogen has been quaternized with methyl chloride, dimethyl sulfate or benzyl chloride, preferably also addition salts of amines/amino groups and quaternary ammonium groups. Cationic polyelectrolytes can have a degree of substitution (DS_c) varying over a wide range, for example from about 0.01 to about 1.0, preferably from about 0.1 to about 0.8 and most preferably from about 0.2 to about 0.5.

30 Suitable cationic organic compounds for use in this invention include cationic compounds capable of functioning as a surfactant and/or dispersing agent and/or coupling agent between particles or droplets of a sizing agent and/or an anionic stabiliser. Preferably the cationic organic compound is a surfactant. Preferred cationic surfactants include compounds having the general formula $\text{R}_4\text{N}^+ \text{X}^-$, wherein each R group, independently of each other, is
35 hydrogen or a hydrocarbon group having from 1 to 30 carbon atoms, preferably from 10 to 22 carbon atoms. The hydrocarbon groups are suitably aliphatic and preferably alkyl groups, and may be interrupted by one or more heteroatoms, e.g. oxygen or nitrogen, and/or groups

5

containing a heteroatom, e.g. carbonyl and acyloxy groups. At least one, suitably at least three and preferably all of said R groups contain carbon atoms. Suitably at least one and preferably at least two of said R groups containing at least 7 carbon atoms, preferably at least 9 carbon atoms and most preferably at least 12 carbon atoms. X^- is an anion, suitably
5 a halide like chloride, or an anionic group present in an anionic compound of the dispersion, e.g. where the surfactant is a protonated amine of the formula R_3NH^+ where R is as defined above. Examples of suitable surfactants include dioctyldimethylammonium chloride, didecyldimethylammonium chloride, dicocodimethylammonium chloride, cocobenzyltrimethylammonium chloride, coco(fractionated)benzyltrimethylammonium chloride, octadecyl trimethylammonium chloride, dioctadecyldimethylammonium chloride, dihexadecyldimethylammonium chloride, di(hydrogenated tallow)dimethylammonium chloride, di(hydrogenated tallow)benzyltrimethylammonium chloride, (hydrogenated tallow)benzyltrimethylammonium chloride, didecyldimethylammonium chloride, and di(ethylene hexadecanecarboxylate)dimethylammonium chloride. Particularly preferred cationic surfactants thus include those containing
10 at least one hydrocarbon group with from 9 to 30 carbon atoms and notably quaternary ammonium compounds.

Useful cationic polyelectrolytes also include low molecular weight cationic organic polymers, optionally degraded, e.g. those derived from polysaccharides like starches and guar gums, cationic condensation products like cationic polyurethanes, polyamideamines,
20 e.g. polyamideamine-epichlorohydrin copolymers, polyamines, e.g. dimethylamine-epichlorohydrin copolymers, dimethylamine-ethylenediamine-epichlorohydrin copolymers, ammonia-ethylenedichloride copolymers, vinyl addition polymers formed from monomers with cationic groups, e.g. homopolymers and copolymers of dialkyldimethylammonium chloride, dialkylaminocalkyl acrylates, methacrylates and acrylamides (e.g.
25 dimethylaminoethyl acrylates and methacrylates) which usually are present as acid addition salts or quaternary ammonium salts, optionally copolymerized with non-ionic monomers including acrylamide, alkyl acrylates, styrene and acrylonitrile and derivatives of such monomers, vinyl esters, and the like.

The weight average molecular weight of the cationic organic compound generally
30 can be up to about 10000, usually up to about 5000, suitably up to about 3000 and preferably up to about 800, and most preferably at least about 200. Suitable cationic surfactants preferably have a weight average molecular weight up to about 3000, most preferably from about 200 to about 800.

If an anionic stabiliser is present, the amount thereof in the dispersion is preferably
35 from about 0.0% to about 5 wt%, most preferably from about 0.1 to about 3 wt%. Suitable anionic stabilisers for use in this invention include anionic compounds functioning as stabilisers and/or being effective in combination with a cationic organic compound as

described above to stabilise the sizing agent in an aqueous phase as well as anionic compounds known as usual as dispersants in the preparation of size dispersions. Preferably the anionic compound is water-soluble or water-dispersible. The anionic stabiliser can be selected from organic or inorganic compounds and can be derived from natural or synthetic sources. The anionic stabiliser of the dispersant system contains one or more anionic groups of the same or different types and include anionic compounds having one anionic group and anionic compounds having two or more anionic groups, herein referred to as an anionic polyelectrolyte. The term anionic polyelectrolyte is meant to include also anionic compounds acting as a polyelectrolyte, e.g. through chemical non-ionic interaction or attraction. In a preferred embodiment, the anionic stabiliser is an anionic polyelectrolyte. Examples of suitable anionic groups, i.e. groups that are anionic or rendered anionic in water, include phosphate, phosphonate, sulfate, sulfonate, sulphonic acid and carboxylic acid groups and salts thereof, usually ammonium or alkali metal (generally sodium) salts. The anionic groups can be native or introduced by means of chemical modification in known manner. The anionic stabiliser can have a degree of anionic substitution (DS_A) varying over a wide range, the DS_A can be from 0.01 to 1.4, suitably from 0.4 to 1.2 and preferably from 0.2 to 1.0. Anionic polyelectrolytes may contain one or more cationic groups as long as it has an overall anionic charge.

In a preferred embodiment, the anionic stabiliser is selected from organic compounds. Suitable anionic stabilisers of this type include polymeric compounds such as those based on lignin or polysaccharides like starches, guar gums, celluloses, chitins, chitosans, glycans, galactans, glucans, xanthan gums, mannans, dextrans, etc., preferably phosphorylated, sulfonated and carboxylated lignin or polysaccharides, as well as synthetic organic polymers like condensation products, e.g. anionic polyurethanes and polymeric anionic compounds based on naphthalene, e.g. condensed naphthalene sulfonates, and further vinyl addition polymers formed from monomers with anionic groups, e.g. acrylic acid, methacrylic acid, maleic acid, itaconic acid, crotonic acid, vinylsulfonic acid, sulfonated styrene and phosphates of hydroxyalkyl acrylates and methacrylates, optionally copolymerized with non-ionic monomers including acrylamide, alkyl acrylates, styrene and acrylonitrile as well as derivatives of such monomers, vinyl esters, and the like. Particularly preferred organic anionic stabilisers include anionic polysaccharides, e.g. cellulose-derivatives like carboxymethyl celluloses, condensed naphthalene or lignin sulfonates, anionic acrylamide-based polymers and polymers based on acrylic acid and similar acid monomers.

In one embodiment of the invention, the anionic stabiliser is hydrophobically-modified and contains one or more hydrophobic groups, suitably being a hydrophobically modified polysaccharide, preferably carboxymethyl cellulose. Examples of suitable groups

include hydrophobic substituents containing from 4 to about 30 carbon atoms, notably hydrophobic amide, ester and ether substituents comprising a saturated or unsaturated hydrocarbon chain of at least 4 and preferably from 8 to 30 carbon atoms, optionally being interrupted by one or more heteroatoms, e.g. oxygen or nitrogen, and/or groups containing a heteroatom, e.g. carbonyl or acyloxy

In the case the anionic stabiliser is an organic compound or polymer, its weight average molecular weight is preferably above about 200 mos, preferably above 500, but is preferably below 50000

In another embodiment, the anionic stabiliser is selected from inorganic anionic materials, preferably anionic inorganic polyelectrolytes such as, for example, compounds containing silicon atoms, e.g. various forms of condensed or polymerized silicic acid which have negative hydroxyl groups, e.g. oligomeric silicic acid, polysilicic acid, polysilicates and polyaluminumsilicates.

The anionic stabiliser can also be selected from microparticulate material where both organic and inorganic anionic materials are encompassed. Suitable particulate materials of this type include highly cross-linked anionic vinyl addition polymers, e.g. acrylamide-based and acrylate-based polymers, anionic condensation polymers, e.g. melamine-sulfonic acid sols, inorganic silica-based materials, e.g. materials of the type present in aqueous silica-based sols like silica sols, aluminated silica sols, aluminumsilicate sols, polysilicate microgels and polyaluminumsilicate microgels, as well as silica gels and precipitated silica. The microparticulate material preferably is colloidal i.e. in the colloidal range of particle size. The colloidal particles suitably have a particle size from about 1 nm to about 40 nm, preferably from 2 to 35 nm and most preferably from 2 to 10 nm.

A cellulose non-reactive sizing agent is preferably present in the dispersion in an amount from about 0.1 to about 50 wt%, most preferably from about 0.5 to about 50 wt%. Suitable cellulose non-reactive sizing agents are polymeric materials preferably having a weight average molecular weight greater than 50000, most preferably from 50000 up to about 1000000. Preferably the polymeric material is made from ethylenically unsaturated monomers.

Particularly suitable polymers include copolymers of styrene or substituted styrenes with at least one other kind of ethylenically unsaturated monomers, preferably comprising monomers containing one or more carboxyl groups. Examples of such monomers include maleic anhydride, acrylic acid, methacrylic acid and itaconic acid, as well as esters, amides and nitrile thereof, of which esters are particularly preferred. Preferred esters are alkyl esters where the alkyl group preferably have from 1 to 12 carbon atoms, most preferably from 1 to 5 carbon atoms. Particularly preferred are esters of acrylic acid or methacrylic acid. Examples of suitable alkyl groups are methyl, ethyl,

propyl, *n*-butyl, *iso*-butyl, *tert*-butyl and 2-butyl. A mixture of at least two isomeric butyl acrylates or methacrylates, such as *n*-butyl- and *t*-butyl acrylate or methacrylate is particularly preferred. The monomers as described above may also be co-polymerised with other acrylenically unsaturated monomers.

- 5 In a preferred embodiment the cellulose non-reactive sizing agent is a co-polymer obtained from ethylenically unsaturated monomers comprising from about 20 to about 80 wt%, preferably from about 30 to about 70 wt% of styrene or substituted styrene, from about 20 to about 50 wt%, preferably from about 30 to about 70 wt% of alkyl acrylate or methacrylate, and from 0 to about 15 wt%, preferably from 0 to about 10
10 wt% of other ethylenically unsaturated monomers.

The dispersion of the invention may also comprise other components such as one or more of biocides, defoamers, inorganic compounds like aluminium or zirconium compounds, etc.

- The dispersion of the invention is preferably predominantly anionic, which
15 reduces the risk for interference with anionic components used in paper making. The pH is preferably from about 2 to about 8, most preferably from about 3 to about 5, which improves the stability of e.g. ketene dimers. The viscosity is preferably from about 1 to about 300 mPas, most preferably from about 5 to about 100 mPas. The dry content is preferably from about 1 to about 50 wt%, most preferably from about 5 to about 40 wt%.

- 20 It has been found possible to provide a dispersion of the invention with low viscosity and where both the static storage stability and the thermal stability are excellent. Furthermore, the dispersion of the invention has been found very efficient both for internal sizing and surface sizing at paper making.

- The term 'paper', as used herein, is meant to include not only ordinary paper but all
25 types of cellulose-based products in sheet or web form, including, for example, board and paperboard. However, the invention is particularly advantageous for preparation of graphic paper to be used in all kinds of printing processes, such as ink-jet printing, laser printing, copying, etc.

- The invention also concerns a process for the preparation of a dispersion as
30 described above. The process comprises the steps of bringing together at least one cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketene dimers, and multimers, at least one cellulose non-reactive sizing agent, and at least one emulsifier selected from the group consisting of oxystyrene phosphates and sulfate esters and salts thereof, in the presence of water to obtain a mixture, and homogenising the mixture to
35 obtain an aqueous dispersion. The temperature during the homogenisation is preferably sufficiently high for the cellulose reactive sizing agent to be liquid, and is in most cases preferably from about 20 to about 100°C, most preferably from about 50 to about 95°C.

9

Preferably the cellulose non-reactive sizing agent is added in the form of an aqueous dispersion, for example a commercially available cellulose non-reactive size such as dispersions of poly (styrene/acrylate) marketed under the trademarks Jetsize® AE 27, AE 35 and AE 76 (Eka Chemicals AB), Bascolast® 400 DS (BASF), Perglutn® A 281 (Guilini), or a dispersion as described in US Patent 5426381. Further, it is preferred to, before the homogenisation, also add a cationic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000 or an anionic stabiliser, or both, which is most preferred. Regarding suitable and preferred variants of the components and amounts thereof, the above description of the dispersion as such is referred to

10 The invention further concerns use of a dispersion according to the invention as described above for surface sizing of paper and a process for the production of paper comprising the steps of forming a paper web from a stock containing cellulosic fibres and applying to the surface of the paper web an aqueous dispersion according to the invention as described above. The dispersion may be applied to the paper web by all known methods in a size press or other suitable equipment and is preferably included in 15 the size press liquor. Preferably a dispersion of the invention is supplied to the paper in an amount from about 0.05 to about 20 wt%, preferably from about 0.1 to about 10 wt%, based on amount of paper produced. It is further possible to supply with the size press liquor one or more of the following components: optical brightening agents preferably in an amount from about 0 to about 2 wt% of amount of paper produced, pigments (e.g. 20 chalk, precipitated calcium carbonate, kaolin, titanium dioxide, barium sulphate or gypsum), preferably in an amount from about 0 to about 15 g/m² paper produced, starch, preferably in an amount from about 0 to about 5 g/m² paper produced, crosslinkers such as zirconium compounds, insolubilisers, defoamers, etc.

25 The invention furthermore concerns use of a dispersion according to the invention as described above for internal sizing at production of paper and a process for the production of paper comprising the steps of adding a dispersion according to the invention as described above to a stock containing cellulosic fibres, and dewatering the stock on a wire to obtain paper and white water. The dispersion may be added separately 30 or be premixed with one or more other additive, such as a retention aid.

The stock preferably contains from about 50 to about 100 wt%, most preferably from about 70 to about 100 wt% of cellulosic fibres, based on dry stock. Preferably the stock also contains one or more fillers, e.g. mineral fillers like kaolin, china clay, titanium dioxide, gypsum, talc, chalk, ground marble or precipitated calcium carbonate and optionally other 35 commonly used additives, such as retention aids, aluminium compounds, dyes, wet-strength resins, optical brightening agents etc. Examples of aluminium compounds include alum, aluminates and polyaluminium compounds, e.g. polyaluminium chlorides and sulphates.

Examples of retention aids include cationic polymers, anionic inorganic materials in combination with organic polymers, e.g. bentonite in combination with cationic polymers, silica-based sols in combination with cationic polymers or cationic and anionic polymers

A dispersion of the invention is preferably added to the stock and/or the paper web
 5 in an amount so the total amount of cellulose reactive sizing agent added is from about 0.01 to about 10 wt%, most preferably from about 0.03 to about 5 wt% of the paper produced, while the total amount of cellulose non-reactive sizing agent added preferably is from about 0.01 to about 10 wt% most preferably from about 0.03 to about 5 wt% of the paper produced. The exact amounts depend on the quality of the pulp and the level of sizing
 10 desired.

It has been found that by using the dispersion of the invention the sizing effect compared to use of conventional sizes is improved at a corresponding doses of cellulose reactive sizing agent. The possibility of using lower amounts of sizing agent to achieve a
 15 desired level of sizing reduces the risk of accumulation of non-adsorbed sizing agents in the white water recirculating in the process, thereby reducing the risk of aggregation and deposition of the sizing agents on the paper machine. Thus, the invention is particularly advantageous in processes with high degree of white water closure, for example where from 0 to 30 tonnes, usually less than 20 tonnes, suitably less than 15 tonnes, preferably less than 10 tonnes and most preferably less than 5 tonnes of fresh water are used per ton
 20 of dry paper produced. Besides, the invention gives a fast on-machine sizing and a very uniform sizing. Furthermore, the dispersion does not interfere significantly with strong anionic components present in the papermaking process and does therefore not reduce the efficiency of, for example, optical brightening agents.

The invention will now be further described in connections with the following
 25 Examples which, however, do not intend to limit the scope thereof. Unless otherwise stated, all parts and percentages refer to parts and percent by weight.

Example 1 An anionic aqueous sizing dispersion according to the invention was prepared from the following formulation for 1 kg dispersion

30 60 g AKD (alkyl ketene dimer) (Keywax[®] SF100, Eka Chemicals)
 115 g aqueous dispersion of poly(styrene-acrylic ester) (Jetsize[®] AE 78, Eka Chemicals)
 2.75 g ditallow dimethyl ammonium chloride (Arqueo[™] 24T-75PG, Akzo Nobel)
 4.5 g polyoxyethylene phosphate ester (Rhodafac[™] RS-710, Rhodia)
 3.6 g condensed sodium naphthalene sulfonate formaldehyde condensate (Orstar[™] SN
 35 Rohm & Haas Company)
 balance up to 1000 g water

The ditallow dimethyl ammoniumchloride was mixed with molten alkyl ketene dimer at 70°C and the mixture was passed through a homogenizer in the presence of the dispersion of poly (styrene/acrylic ester), which was pre-blended with the polyoxyethylene phosphate ester and the condensed sodium naphthalene sulfonate

- 5 The dispersion was used for internal sizing in a pilot plant paper machine producing paper from fine paper furnish with 15% ground calcium carbonate (Hydrocarb™ 50BG GCC, Omya) and 0.6% optical brightening agent. The retention system used was 0.5% cationic potato starch (Hi-Cat™ 142, Roquette) and 0.3% anionic silica sol (Eka™ NP 442, Eka Chemicals). For comparison, paper was produced under
- 10 the same conditions but sized with a standard AKD dispersion Keydime® C (Eka Chemicals). The papers were tested in respect of water absorption according to Cobb 60 (Tappi test method T 441 om-80) and ink resistance according to HST 80 (Tappi test method T 530 pm-88). The results are shown in the table below

Product	Keydime® C			Invention Example 1		
AKD dosage (kg/t paper)	0.5	0.7	0.9	0.5	0.7	0.9
Cobb 60 (g/m²)	33	24	22	26	22	21
HST 80 (seconds)	104	302	378	192	348	470

15

It appears that the dispersion of the invention gives considerably improved sizing than the conventional AKD based size

- Example 2: A dispersion of the invention was prepared in the same way as in Example 1 from 30 g Keywax® SF100, 200 g Jetsize® AE 76, 4.8 g Arquad™ 2HT-75PG, 20 3.3 g Rhodafac™ RS-710, 6.3 g Drotan™ SN and water to 1000 g. The dispersion was used for surface sizing of an internally pre-sized paper (Cobb 60 = 37g/m²) produced from fine paper furnish containing 18% ground calcium carbonate (Hydrocarb™ 50 BG, GCC Omya) and with ASA (Laser® 220, Eka Chemicals) as internal sizing agent in an amount of 0.75 kg per tonne paper. The basis weight was 90 g/m². The retention system
- 25 was 0.5% cationic potato starch (Hi-Cat™ 142, Roquette) and 0.5% anionic silica sol (Eka™ NP 780, Eka Chemicals). Additionally 0.6% optical brightening agent was added to the stock. The dispersion of the invention was added in the size press together with oxidised potato starch (Perfectamyl™ P 255 SH, Avebe) at 5 % solids content. For comparison, the same kind of paper was surface sized under the same conditions with a
- 30 standard surface size based on a styrene acrylate co-polymer dispersion (Jetsize® AE 76, Eka Chemicals). The papers were tested in respect of water absorption according to

Cobb 60 and ink resistance according to HST 80. The results are shown in the table below

Product	Jetsize® AE 76				Invention Example 2			
Dosage (% active components* of produced paper)	0.025	0.035	0.05	0.085	0.01	0.02	0.03	0.04
Cobb 60 (g/m ²)	33	32.1	30.4	24.8	36.2	25	22.8	22.1
HST 80 (seconds)	89	91	119	19*	67	148	71	20*

* Active components refer to the total amount of alkyl ketene dimers and styrene acrylate co-polymer

5

It appears that the dispersion of the invention gives considerably improved sizing than the conventional surface size

Example 3. Dispersions were prepared in the same way as in Example 1 and the static storage stability was tested by storing the samples in bottles for five weeks and then measuring the dry content at the top and the bottom of the bottles. The formulations (for 1 kg dispersion) and the results are shown in the table below

Formulation	(a)	(b)	(c)	(d)
Kaymax® SF 100 (g)	60	60	60	60
Jetsize® AE 76 (g)	86	86	86	86
Aquad™ ZHT-75PG (g)	2.75	2.75	2.75	2.75
Rhodafac™ RS-710 (g)	-	0.7	3.6	6.7
Orotan™ SN (g)	3.6	3.6	3.6	3.6
water	balance	balance	balance	balance
Dry content on top after 5 weeks (%)	Separated into two phases	10.3	10.8	11.2
Dry content at bottom after 5 weeks (%)	Separated into two phases	6.0	10.3	11.1

15

It appears that the sample without the polyoxyethylene phosphate ester had separated into two phases already after five weeks of storage

Example 4. Dispersions were prepared in the same way as in Example 1 and the thermal stability was tested by shaking the samples 10 days at 250 rpm and 30°C and measuring the particle size distribution. The formulations (for 1 kg dispersion) and the results are shown in the table below. The figures for particle size refer the particle size 50% and 90% by volume, respectively, of the particles in each sample are smaller than. Thus in Formulation (1) after 10 days 50% of the particles were smaller than 0.59 µm and 90% smaller than 0.52 µm

20

WO 2004/088134

PCT/SK2004/000306

13

Formulation	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Kayvax® SF 100 (g)	80	80	80	80	80
Jetset® AE 78 (g)	115	115	115	115	115
Arquad™ 2HT-75FG (g)	2.75	5.5	13.75	2.75	2.75
Rhodafac™ RS-710 (g)	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6
Origan™ SN (g)	3.6	3.6	3.6	7.2	1.85
Water	balance	balance	balance	balance	balance
Initial Particle size 50% / 80% (µm)	0.58/0.85	0.64/1.47	0.53/0.86	0.58/0.95	0.61/1.05
Particle size after 7 days 50% / 90% (µm)	0.59/0.97	14.9/27.0	0.51/0.71	0.71/3.82	13.8/25.5
Particle size after 10 days 80% / 90% (µm)	0.59/0.92	14.7/25.0	0.58/1.51	0.72/16.9	14.2/24.4

CLAIMS

- 1 Aqueous dispersion useful for internal sizing or surface sizing in the production of paper, comprising at least one cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketone dimers and multimers, at least one cellulose non-reactive
5 sizing agent, and at least one emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate and sulfate esters and salts thereof
- 2 Dispersion as claimed in claim 1 further comprising at least one cationic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000.
- 3 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-2 further comprising at
10 least one anionic stabiliser
- 4 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-3, comprising at least one emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate esters and salts thereof
- 5 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-4, wherein the oxyalkylene
15 phosphate and sulfate esters are of the formula

$$R^3 - A^1 - O - Q - R^2$$
 where R^1 is $-OH$ or $-O - A^2 - R^6$,
 A^1 and A^2 , independently of each others are oxyalkylene chains,
 Q is $PO(OH)$ or SO_2 and,
 R^4 and R^5 , independently of each others, are hydrocarbon groups
- 6 Dispersion as claimed in claim 5, wherein Q is $PO(OH)$
- 7 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-3, wherein the cellulose
non-reactive sizing agent is selected from the group consisting of copolymers of styrene
or substituted styrene with at least one other kind of ethylenically unsaturated monomers
25 8 Dispersion as claimed in claim 7, wherein said at least one other kind of
ethylenically unsaturated monomers are selected from the group consisting of alkyl esters
of acrylic acid or methacrylic acid.
- 9 Dispersion as claimed in any one of the claims 2-5, wherein the cationic
organic compound is a surfactant selected from the group consisting compounds having
30 the general formula $R_3N^+ X^-$, where each R group, independently of each other, is hydrogen
or a hydrocarbon groups having from 1 to 30 carbon atoms, and X is an anion
- 10 Dispersion as claimed in any one of the claims 3-8, wherein the anionic
stabiliser is selected from the group consisting of condensed naphthalene and lignin
substitutes
- 11 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-10, wherein the dispersion
35 is predominantly anionic

15

12 Dispersion as claimed in any one of the claims 1-11, wherein the p_{ri} is from about 2 to about 6

13 A process for the preparation of a dispersion according to any one of the claims 1-12, comprising the steps of bringing together at least one cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketene dimers and multimers, at least one cellulose non-reactive sizing agent, and at least one emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate and sulfate esters and salts thereof, in the presence of water to obtain a mixture, and homogenising the mixture to obtain an aqueous dispersion

14 A process as claimed in claim 13 further comprising the steps of adding a carbonic organic compound having a weight average molecular weight less than about 10000 and an anionic stabiliser before homogenising the mixture

15 Use of a dispersion according to any one of the claims 1-12 for surface sizing of paper

16 Use of a dispersion according to any one of the claims 1-12 for internal sizing at production of paper

17 A process for the production of paper comprising the steps of forming a paper web from a stock containing cellulosic fibres and applying to the surface of the paper web an aqueous dispersion according to any one of the claims 1-12

18 A process for the production of paper comprising the steps of adding a dispersion according to any one of the claims 1-12 to a stock containing cellulosic fibres, and dewatering the stock on a wire to obtain paper and white water

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
/SE2004/000306

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 021H21/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched Classification system followed by classification symbols
IPC 7 021H

Documentation searched other than minimum documentation in the subject that does not constitute an invention in the field search and

Documents have been examined during the international search, any of database and other practical search terms used
EPC-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Category of document with indication where appropriate of a relevant passage	Relevant to claim No.
X	WO 02/090653 A (AKZO NOBEL NV, LEIJON HAAKAN (SE), MOHLIN KRISTINA (SE), EKA CHEMI) 14 November 2002 (2002-11-14)	1-5, 17-17
Y	page 4, line 26 - page 5 line 33, claims 1-15	1,12
Y	US 4 529 447 A (NISHIGAKIYUCHI YASUSHI ET AL) 16 July 1985 (1985-07-16) claims 1,2, examples 2-17	1,12
A	US 6 162 328 A (FRANISIO MARCO FRANCO ET AL) 19 December 2000 (2000-12-19) cited in the application the whole document	1-17
A	US 4 214 948 A (MALICZ/SZYN WALTER ET AL) 29 July 1980 (1980-07-29) the whole document	1-17

-/-

☒ Further documents are listed in the continuation of the C.

☒ Priority claim is/are indicated.

1. Classification of relevant documents

- document defines the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- document is published in a journal or other periodical publication
- document which may throw doubt on priority claims or which is cited by applicant in the publication does not involve an invention which is not disclosed
- document refers to a prior art document, which is not a patent, or other document
- document published prior to the international filing date and is earlier than the priority date of the invention

- document published after the international filing date or priority date and which is cited in the application but not in the international search report
- document of particular relevance the claimed invention is not disclosed in the document or the document is not a patent
- document of particular relevance the claimed invention is disclosed in the document but the document is not a patent or the document is not a patent or the document is not a patent or the document is not a patent
- document of particular relevance the claimed invention is disclosed in the document but the document is not a patent or the document is not a patent or the document is not a patent or the document is not a patent

Date of the actual completion of the international search

21 June 2004

Date of filing of the international search report

29/06/2004

Name and address of the ISA

European Patent Office - P.O. Box 2955 München 2
AL 80014 München
Tel (44-1) 70 200-2040, Tel 21 681 2000
Fax (44-1) 70 200-2040

Authorized officer

Karlsson, L

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
1 /CF 2004/000306

2. Classification of documents considered to be relevant

Category	Class of document with indication where appropriate of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2003/019599 A1 (MORGAN NICHOLAS ET AL) 30 January 2003 (2003-01-30) the whole document	1-17
A	US 2002/100667 A1 (LUNDGREN ERIK ET AL) 1 August 2002 (2002-08-01) the whole document	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

/SE 2004/000306

Patent document cited in search report	Publication class	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 02090653	A	14-11-2002	EP 1256655 A1	13-11-2002
			CA 2446338 A1	14-11-2002
			EP 1397555 A2	17-03-2004
			WO 02090653 A2	14-11-2002
			US 2003097964 A1	29-05-2003
US 4529447	A	16-07-1985	JP 58270897 A	22-12-1983
			JP 1023599 B	08-05-1989
			JP 1887138 C	22-11-1994
			JP 59030993 A	18-02-1984
			CA 1196453 A1	12-11-1985
			GB 2122659 A , B	18-01-1984
			SE 459740 B	31-07-1989
			SE 8303155 A	12-12-1983
US 5162328	A	19-12-2000	AU 9793698 A	23-04-1999
			BR 9812578 A	15-01-2002
			CA 2305444 A1	08-04-1999
			CN 1279736 T	10-01-2001
			EP 1023495 A2	02-08-2000
			ID 25896 A	09-11-2000
			JP 2001518575 T	16-10-2001
			NO 20001662 A	29-05-2000
			PL 339734 A1	02-01-2001
			WO 9916973 A2	08-04-1999
			ZA 9808939 A	30-03-1999
US 4214948	A	29-07-1980	CA 1044859 A1	26-12-1976
			DE 2533411 A1	12-02-1976
			FR 2280696 A1	27-02-1976
			GB 1533575 A	29-11-1978
			IT 1046101 B	30-06-1980
			JP 1090383 C	31-03-1982
			JP 51040407 A	05-04-1976
			JP 55037630 B	29-09-1980
			SE 425124 B	20-09-1982
			SE 7508704 A	02-02-1976
US 2003019599	A1	30-01-2003	US 2002096275 A1	25-07-2002
			AU 8035901 A	18-02-2002
			AU 8036001 A	18-02-2002
			AU 8036101 A	18-02-2002
			AU 8275101 A	18-02-2002
			BR 0.12904 A	01-07-2003
			BR 0112905 A	24-06-2003
			BR 0112906 A	24-06-2003
			BR 0112907 A	24-06-2003
			CA 2418400 A1	14-02-2002
			CA 2418413 A1	14-02-2002
			CA 2418416 A1	14-02-2002
			CA 2418424 A1	14-02-2002
			CN 1446282 T	01-10-2003
			CN 1449464 T	15-10-2003
			CN 1455834 T	12-11-2003
			CN 1449465 T	15-10-2003
			CZ 20030371 A3	17-03-2004
			CZ 20030372 A3	17-03-2004
			EP 1309755 A1	14-05-2003

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

/5E2004/000306

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family number(s)	Publication date
US 2003019599 A1		EP 1309756 A1	14-05-2003
		EP 1309758 A1	14-05-2003
		EP 1309757 A1	14-05-2003
		JP 2004506103 T	26-02-2004
		JP 2004506104 T	26-02-2004
		JP 2004506105 T	26-02-2004
		NO 20030559 A	04-02-2003
		NZ 523956 A	27-02-2004
		WO 0212622 A1	14-02-2002
		WO 0212623 A1	14-02-2002
		WO 0212624 A1	14-02-2002
		WO 0212626 A1	14-02-2002
		US 2002166648 A1	14-11-2002
		US 2002100567 A1	01-08-2002
		US 2002096289 A1	25-07-2002
		US 2002096290 A1	25-07-2002
US 2002100567 A1	01-08-2002	AU 8035901 A	18-02-2002
		AU 8036001 A	18-02-2002
		AU 8036101 A	18-02-2002
		AU 8275101 A	18-02-2002
		BR 0112904 A	01-07-2003
		BR 0112905 A	24-06-2003
		BR 0112906 A	24-06-2003
		BR 0112907 A	24-06-2003
		CA 2418400 A1	14-02-2002
		CA 2418413 A1	14-02-2002
		CA 2418416 A1	14-02-2002
		CA 2418424 A1	14-02-2002
		CN 1446282 T	01-10-2003
		CN 1449464 T	15-10-2003
		CN 1455834 T	12-11-2003
		CN 1449465 T	15-10-2003
		CZ 20030371 A3	17-03-2004
		CZ 20030372 A3	17-03-2004
		EP 1309755 A1	14-05-2003
		EP 1309756 A1	14-05-2003
		EP 1309758 A1	14-05-2003
		EP 1309757 A1	14-05-2003
		JP 2004506103 T	26-02-2004
		JP 2004506104 T	26-02-2004
		JP 2004506105 T	26-02-2004
		NO 20030559 A	04-02-2003
		NZ 523956 A	27-02-2004
		WO 0212622 A1	14-02-2002
		WO 0212623 A1	14-02-2002
		WO 0212624 A1	14-02-2002
		WO 0212626 A1	14-02-2002
		US 2002166648 A1	14-11-2002
		US 2003019599 A1	30-01-2003
		US 2002096275 A1	25-07-2002
		US 2002096289 A1	25-07-2002
		US 2002096290 A1	25-07-2002

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY
(Chapter II of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Article 34 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference: Case 0606	FOR FURTHER ACTION See Form PCT/MPA/414																									
International application No. PCT/SE2004/000306	International filing date (day/month/year) 04 03 2004	Priority date (day/month/year) 01 04 2003																								
Inventor's Patent Classification (IPC) or international classification and IPC D21H 21/15																										
Applicant AKZO NOBEL N V et al																										
1 This report is the international preliminary examination report, established by the International Preliminary Examining Authority under Article 35 and transmitted to the applicant according to Article 36. 2 This REPORT consists of a total of <u>3</u> sheets including this cover sheet. 3 This report is also accompanied by ANNEXES, comprising a. ☐ (sent to the applicant and to the International Bureau) a total of _____ sheets, as follows: ☐ all sets of the descriptions, claims and/or drawings which have been amended and are the basis of this report and/or amendments thereto authorized by this Authority (see Rule 70 (c) and Section 607 of the Administrative Instructions) ☐ sheets which supersede earlier sheets, but which this Authority considers contain an amendment that goes beyond the disclosure in the international application as filed, as indicated in item 4 of Box No. 5 and the International Box b. ☐ (sent to the International Bureau only) a total of (indicate type and number of electronic carrier(s)) _____ containing a sequence listing and/or tables related thereto in electronic form, only as indicated in the Supplementary Box Relating to Sequence Listing (see Section 802 of the Administrative Instructions). 4 This report contains indications relating to the following items: <table><tr><td>☒</td><td>Box No. I</td><td>Basic of the report</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. II</td><td>Priority</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. III</td><td>Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. IV</td><td>Lack of unity of invention</td></tr><tr><td>☒</td><td>Box No. V</td><td>Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. VI</td><td>Comments on amendments filed</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. VII</td><td>Comments on the international application</td></tr><tr><td>☐</td><td>Box No. VIII</td><td>Comments on the international application</td></tr></table>			☒	Box No. I	Basic of the report	☐	Box No. II	Priority	☐	Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability	☐	Box No. IV	Lack of unity of invention	☒	Box No. V	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement	☐	Box No. VI	Comments on amendments filed	☐	Box No. VII	Comments on the international application	☐	Box No. VIII	Comments on the international application
☒	Box No. I	Basic of the report																								
☐	Box No. II	Priority																								
☐	Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability																								
☐	Box No. IV	Lack of unity of invention																								
☒	Box No. V	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive activity and/or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement																								
☐	Box No. VI	Comments on amendments filed																								
☐	Box No. VII	Comments on the international application																								
☐	Box No. VIII	Comments on the international application																								
Date of transmission of the demand 17 08 2004	Date of completion of this report 14.07 2005																									
Name and mailing address of the IPCU/IE Postbox - och xogskätsel, xogskätsel Box 4855 S-181 42 JÖCKÖLUND Phone No. +46 8 667 72 88	Authorized officer Erika Stenroos/MP Telephone No. +46 8 754 25 00																									

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/SE2004/C00306

Box No. 1 Basis of the report

1 With regard to the language, this report is based on:

- ☐ the international application in the language in which it was filed
- ☐ a translation of the international application into _____ which is the language of a translation furnished for the purposes of:
- ☐ international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b))
- ☐ publication of the international application (Rule 12.4(a))
- ☐ international preliminary examination (Rules 35.2(a) and/or 35.3(a))

2 With regard to the elements of the international application, this report is based on (replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not covered in this report)

- ☒ the international application as originally filed/furnished
- ☐ the description:
- pages _____ as originally filed/furnished
- pages* _____ received by this Authority on _____
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☐ the claims:
- pages _____ as originally filed/furnished
- pages* _____ as amended (together with any statement) under Article 19
- pages* _____ received by this Authority on _____
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☐ the drawings:
- pages _____ as originally filed/furnished
- pages* _____ received by this Authority on _____
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☐ a sequence listing and/or any related table(s) - see Supplemental Box Relating to Sequence Listing.

3 ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (specify) _____
- ☐ any table(s) related to the sequence listing (specify) _____

4 ☐ This report has been established as if (some of) the amendments requested to this report and listed below had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(a)).

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (specify) _____
- ☐ any table(s) related to the sequence listing (specify) _____

* If Item 4 applies, some or all of these sheets may be marked "superseded."

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/SE 2004/000306

Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statements

Novelty (N)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-18	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations (Rule 70.7)

The documents cited in the International Search Report represent the general state of the art. The invention defined in claims 1-18 is not disclosed by any of these documents.

The cited prior art does not give any indication that would lead a person skilled in the art to the aqueous dispersion useful for internal sizing or surface sizing in the production of paper, comprising at least one cellulose reactive sizing agent selected from the group consisting of ketene dimers or multimers, at least one cellulose non-reactive sizing agent and at least one emulsifier selected from the group consisting of oxyalkylene phosphate and sulphate esters and salts thereof. Therefore, the claimed invention is not obvious to a person skilled in the art.

Accordingly, the invention defined in claims 1-18 is novel and is considered to involve an inventive step. The invention is industrially applicable.

MEMORIA DESCRIPTIVA

DISPERSION

La presente invención dice relación con una dispersión acuosa que comprende un agente de acabado reactivo para celulosa, agente de acabado no reactivo para celulosa y un emulsificante, su preparación, y uso de ella en la fabricación de papel.

Los materiales de acabado reactivos para celulosa, tales como aquellos basados en el dímero de alquil cetena (AKD) y anhídrido alquénil succínico (ASA), se usan ampliamente para el acabado interno en la fabricación de papel. Ellos generalmente proporcionan un buen acabado interno incluso en bajas dosificaciones. Sin embargo, se ha experimentado que bajo algunas circunstancias la eficiencia de agentes de acabado reactivos para celulosa convencionales no es totalmente satisfactoria, por ejemplo cuando se usa con stocks que tienen una alta demanda catiónica y que contienen cantidades sustanciales de extractos lipofílicos de madera, tal como los ácidos de resina, los ácidos grasos, los ésteres grasos, los triglicéridos, etc.

También se ha sugerido usar agentes de acabado reactivos para celulosa para el acabado de superficie, pero se ha encontrado que ellos pueden causar problemas con la reversión de los materiales de acabado, adherencia del toner y la conversión de papel a alta velocidad.

Los materiales de acabado no reactivos para celulosa se han usado hasta ahora principalmente para el acabado de superficies. Ejemplos de tales materiales son el almidón y otros materiales de acabado poliméricos tal como los copolímeros de estireno con



monómeros vinílicos tan como el anhídrido maleico, ácido acrílico y sus ésteres de alquilo, acrilamida, etc. Los materiales de acabado no reactivos para celulosa generalmente exhiben una mejorada adherencia del toner, muy poco o ningún efecto en el coeficiente de fricción, ningún efecto, o un efecto mejorado en la conversión de alta velocidad, y ninguna reversión en los materiales de acabado en comparación con los materiales de acabado reactivos. Sin embargo, ellos son menos eficientes en el acabado que los materiales de acabado reactivos para celulosa.

Los materiales de acabado reactivos para celulosa son generalmente proporcionados en la forma de dispersiones que contienen una fase acuosa y partículas finamente divididas o gotas del agente de acabado dispersado allí. Las dispersiones normalmente se preparan con la ayuda de un sistema dispersante que consiste en un compuesto aniónico, por ejemplo el lignosulfonato de sodio, en combinación con un polímero anfotérico o catiónico de alto peso molecular, por ejemplo, el almidón catiónico, poliamina, amina poliamida o un polímero de adición vinílica. Dependiendo de la carga global de los compuestos del sistema dispersante, las dispersiones de materiales de acabado serán de naturaleza catiónica o aniónica.

La patente US 5969011 describe una dispersión acuosa mejorada de un agente de acabado reactivo para celulosa dispersado en la fase acuosa por medio de un sistema dispersante que comprende un compuesto orgánico catiónico de bajo peso molecular y un estabilizador aniónico.

La patente WO 02/090653 describe una composición de acabado



que comprende un agente de acabado, un surfactante no iónico, un surfactante aniónico y un alcohol monohídrico.

La patente US 4529447 describe una composición de acabado que comprende un anhídrido de ácido carboxílico y un surfactante no iónico de polioxisilquileo bloqueado con un alquilo inferior, acilo o grupo carbamoilo y/o una sal de metal alcalino térreo de un surfactante aniónico que contiene azufre.

La patente EP-A1-151646 describe una composición de agente de acabado en base a anhídrido alquil succínico.

La Patente US 5498648 describe una mezcla de acabado de papel preparada mezclando una suspensión de almidón catiónico con una dispersión de polímero y emulsionando una alquildicetena en esta mezcla. Sin embargo, tales formulaciones son predominantemente catiónicas y se ha encontrado que interfieren con los componentes aniónicos usados en la fabricación del papel, particularmente los agentes de blanqueo ópticos.

La patente US 6162328 describe un proceso para la producción de papel en el cual los materiales de acabado reactivo para celulosa que no son sólidos a 25 °C y un material de acabado no reactivo para celulosa que es un polímero de peso molecular promedio en peso mayor que cerca de 1500 se aplican al papel obtenido mediante el laminado y secado de una suspensión de pulpa acuosa. Sin embargo, se ha encontrado difícil proporcionar dispersiones de alta estabilidad que comprendan tanto un material de acabado reactivo para celulosa y un material de acabado no reactivo para celulosa, particularmente para las dispersiones aniónicas.



Es un objetivo de la invención el proporcionar una dispersión de alta estabilidad que comprende un agente de acabado reactivo para celulosa.

Es otro objetivo de la invención el proporcionar una dispersión que comprenda un agente de acabado reactivo para celulosa y un agente de acabado no reactivo para celulosa.

Es todavía otro objetivo de la invención el proporcionar un material de acabado de alta eficiencia para el acabado interno.

Es un objetivo adicional de la invención el proporcionar un material de acabado de alta eficacia para el acabado de superficies.

Sorprendentemente, se ha encontrado que es posible obtener dispersiones estables de agentes de acabado reactivos para celulosa y no reactivos para celulosa usando un cierto tipo de emulsificante. De esta manera, la invención dice relación con una dispersión acuosa útil para un acabado interno o un acabado de superficie en la producción de papel, comprendiendo por lo menos un agente de acabado reactivo para celulosa seleccionado del grupo consistente de dímeros del ceteno y multímeros, por lo menos un agente de acabado no reactivo para celulosa, y por lo menos un emulsificante seleccionado del grupo consistente de fosfato de oxialquileño y ésteres sulfato (estos últimos también se llaman sulfonatos de oxialquileño), y sales de ello, de las cuales los ésteres de fosfato de oxialquileño y las sales de ello son más preferidas.

La razón en peso entre el agente de acabado reactivo para celulosa y el agente de acabado no reactivo para celulosa es



preferentemente de cerca de 1:99 a cerca de 99:1, más preferentemente de cerca de 1:9 a cerca de 9:1. En una dispersión para el acabado interno, adecuado para ser agregado a un stock que contiene fibras de celulosa, la razón en peso es preferentemente de cerca de 0,4:1 a cerca de 99:1, más preferentemente de cerca de 1:1 a cerca de 9:1, mientras en una dispersión para el acabado de superficie, adecuada para ser agregado a un tejido de papel, la razón en peso es preferentemente de cerca de 1:99 a cerca de 1:1, más preferentemente de cerca de 1:9 a cerca de 1:1,5.

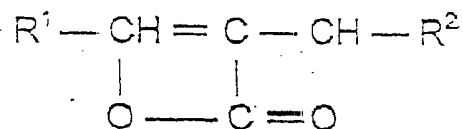
Preferentemente, la dispersión también comprende por lo menos un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos de cerca de 10000 o por lo menos un estabilizador aniónico, o ambos, lo cual es más preferido.

En la configuración más preferida la dispersión de esta manera comprende un agente de acabado reactivo para la celulosa seleccionado del grupo consistente de dímeros de cetena y multímeros, un agente de acabado no reactivo para celulosa y un sistema de dispersión que comprende un emulsificante seleccionado del grupo consistente de fosfato de oxialquileo y ésteres sulfato y sales de ellos, un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos que aproximadamente 10000 y un estabilizador aniónico.

La cantidad de dímeros de cetena y multímeros en la dispersión es preferentemente de cerca de 0,1 a cerca de 50 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,5 a cerca de 50 % en peso. Preferentemente por lo menos un dímero de cetena



hidrofóbico está presente. Los dímeros de cetena preferidos tienen la fórmula general:



en donde R^1 y R^2 representan los mismos o diferentes grupos hidrocarbonados saturados o insaturados tales como el alquilo, alquenilo, cicloalquilo, arilo o aralquilo. Los grupos hidrocarbonados preferentemente tienen de 6 a 36 átomos de carbono, más preferentemente de 12 a 20 átomos de carbono. Ejemplos de grupos hidrocarbonados incluyen el octilo, decilo, el dodecilo, el tetradecilo, el hexadecilo, el octadecilo, el eicosilo, el docosilo, el tetracosilo, el fenilo, el bencilo, beta-naftilo, ciclohexilo y grupos hexadecilo. Los grupos hidrocarbonados preferidos son grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, tal como los grupos hexadecilo y octadecilo. Los dímeros de cetena útiles también incluyen aquellos preparados a partir de ácidos orgánicos tales como el ácido montánico, ácido nafténico, ácido 9,10- decilénico, ácido 9,10- dodecilénico, ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido eleostearico, mezclas de ocurrencia natural de ácidos grasos encontradas en el aceite de coco, el aceite de babassu, el aceite de carozo de palma, el aceite de palma, el aceite de oliva, el aceite de mani, el aceite de raps, el sebo de carne, manteca de cerdo, grasa de ballena, y mezclas de cualquiera de los ácidos grasos nombrados anteriormente entre sí.

La cantidad de emulsificante seleccionada de fosfato de



oxialquileno y ésteres sulfato y sales de ellos en la dispersión es preferentemente de cerca de 0,01 a cerca de 10 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,1 a cerca de 5 % en peso. El fosfato y los ésteres de sulfato preferidos caen bajo la fórmula:



en donde A^1 y A^2 , independientemente de cada uno de los otros, son cadenas de oxialquileno, preferentemente con desde 2 a 100 unidades de oxialquileno, más preferentemente con desde 3 a 50 unidades de oxialquileno, particularmente más preferentemente con desde 5 a 20 unidades de oxialquileno;

Q es $PO(OH)$ ó SO_2 , de lo cual $PO(OH)$ es preferido; y,

R^3 y R^5 , independientemente de cada uno de los otros, son grupos hidrocarbonados, preferentemente que tienen de 3 a 50 átomos de carbono, más preferentemente de 8 a 20 átomos de carbono.

Los grupos hidrocarbonados pueden, por ejemplo, ser alquilo, alqueniilo, cicloalquilo, arilo o aralquilo, de los cuales los grupos alifáticos y particularmente los grupos alquilo son preferidos. Las cadenas de oxialquileno preferentemente consisten de unidades de oxietileno, unidades de oxipropileno o una mezcla de ellos, de las cuales las cadenas de oxietileno puro son más preferidas. Los emulsificante más preferidos pertenecen al grupo de ésteres de fosfato mono y di (alquil polioxietilen) alifáticos teniendo una o dos cadenas de oxietileno cada una comprendiendo de 5 a 15 moles de óxido de etileno y donde el grupo(s) alquilo tiene de 10 a 15 átomos de carbono. Ejemplos de tales ésteres de fosfato de polioxietilen alquilo incluyen los ésteres de fosfato



de tridecilo etoxilado. Más preferentemente se usa una mezcla de ésteres mono y di (alquil polioxietilen) de fosfato.

Como ya fue declarado, el emulsificante también puede ser una o más sales de los compuestos como fue descrito anteriormente, preferentemente amonio o sales de metales alcalinos, tal como las sales de sodio o de potasio, pero también las sales de otros metales tales como las de magnesio o de calcio son posibles.

Si un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos de cerca de 10000 está presente, la cantidad de él en la dispersión es preferentemente desde cerca de 0,01 hasta cerca de 5 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,1 hasta cerca de 2 % en peso. El compuesto orgánico catiónico preferentemente contiene uno o más grupos catiónicos del mismo o de diferente tipo y más preferentemente incluye compuestos catiónicos que tienen un grupo catiónico y compuestos catiónicos que tienen dos o más grupos catiónicos, es decir, polielectrolitos catiónicos. Ejemplos de grupos catiónicos adecuados incluyen los grupos sulfónico, los grupos fosfonio, sales de adición ácida de aminas primarias, secundarias y terciarias o grupos amino y grupos de amonio cuaternarios, por ejemplo en donde el nitrógeno ha sido cuaternizado con cloruro de metilo, sulfato de dimetilo o cloruro de bencilo, preferentemente las sales de adición ácida de aminas/ grupos amino y grupos de amonio cuaternarios. Los polielectrolitos catiónicos pueden tener un grado de sustitución (DS_c) que varía sobre un amplio rango, por ejemplo de cerca de



0,01 a cerca de 1,0, preferentemente de cerca de 0,1 a cerca de 0,8 y más preferentemente de cerca de 0,2 a cerca de 0,6.

Los compuestos orgánicos catiónicos adecuados para el uso en esta invención incluyen los compuestos catiónicos capaces de funcionar como un agente surfactante y/o dispersante y/o agente de acoplamiento entre partículas o gotas de un agente de acabado y/o un estabilizador aniónico. Preferentemente el compuesto orgánico catiónico es un surfactante. Los surfactantes catiónicos preferidos incluyen los compuestos que tienen la fórmula general $R_4N^+ X^-$, en donde cada grupo R, independientemente de los otros, es hidrógeno o un grupo hidrocarbonado que tiene de 1 a 30 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 22 átomos de carbono. Los grupos hidrocarbonados son adecuadamente grupos alifáticos y preferentemente grupos alquilo, y pueden interrumpirse por uno o más heteroátomos, por ejemplo oxígeno o nitrógeno, y/o grupos que contienen un heteroátomo, por ejemplo los grupos carbonilo y aciloxilo. Al menos uno, adecuadamente por lo menos tres y preferentemente todos los grupos R dichos contienen átomos de carbono. Adecuadamente por lo menos uno y preferentemente por lo menos dos de dichos grupos R contienen por lo menos 7 átomos de carbono, preferentemente por lo menos 9 átomos de carbono y más preferentemente por lo menos 12 átomos de carbono. X^- es un anión, adecuadamente un haluro como el cloruro, o un grupo aniónico presente en un compuesto aniónico de la dispersión, por ejemplo, en donde el surfactante es una amina protonada de la fórmula R_3NH^+ en donde R es como fue definido anteriormente. Ejemplos de surfactantes adecuados incluyen el cloruro de dioctil



dimetilamonio, el cloruro de didecil dimetilamonio, el cloruro de dicoco dimetilamonio, el cloruro de cocobencil dimetilamonio, el cloruro de coco (fraccionado) bencil dimetilamonio, el cloruro de octadecil trimetilamonio, el cloruro de dioctadecil dimetilamonio, el cloruro de dihexadecil dimetilamonio, el cloruro de di (tallow hidrogenado) dimetilamonio, el cloruro de di (tallow hidrogenado) bencilmetilamonio, el cloruro de (tallow hidrogenado) bencildimetilamonio, el cloruro de dioleil dimetilamonio, y el cloruro de di (etilen hexadecanocarboxilato) dimetilamonio. Los surfactantes catiónicos particularmente preferidos de esta manera incluyen aquellos que contienen por lo menos un grupo hidrocarbonado que tiene desde 9 a 30 átomos de carbono y notablemente compuestos de amonio cuaternarios.

Los polielectrolitos catiónicos útiles también incluyen los polímeros orgánicos catiónicos de bajo peso molecular, opcionalmente degradados, por ejemplo, aquellos derivados de los polisacáridos tales como los almidones y gomas guar, productos de condensación catiónicos como los poliuretanos catiónicos, poliamidaaminas, por ejemplo los copolímeros poliamidaamin epiclorhidrina, las poliaminas, por ejemplo los copolímeros dimetilamin epiclorhidrina, los copolímeros dimetilamin etilendiamin epiclorhidrina, los copolímeros amonio etilendicloruro, los polímeros de adición vinílica formados de monómeros con grupos catiónicos, por ejemplo, los homopolímeros y copolímeros de cloruro de dialildimetilamonio, acrilatos de dialquilaminoalquilo, metacrilatos y acrilamidas (por ejemplo acrilatos y metacrilatos de dimetilaminoetilo) los cuales



40

normalmente están presentes como sales de adición ácida o sales de amonio cuaternario, opcionalmente copolimerizados con monómeros no iónicos incluyendo acrilamida, acrilatos de alquilo, estireno y acrilonitrilo y derivados de tales monómeros, ésteres vinílicos, y similares.

El peso molecular promedio en peso del compuesto orgánico catiónico generalmente puede ser de hasta cerca de 10000, normalmente hasta cerca de 5000, adecuadamente hasta cerca de 3000 y preferentemente hasta cerca de 800, y más preferentemente por lo menos cerca de 200. Los surfactantes catiónicos adecuados preferentemente tienen un peso molecular promedio en peso hasta cerca de 3000, más preferentemente de cerca de 200 a cerca de 800.

Si un estabilizador aniónico está presente, la cantidad de él en la dispersión es preferentemente de cerca de 0,01 a cerca de 5 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,1 a cerca de 3 % en peso. Los estabilizadores aniónicos adecuados para ser usados en esta invención incluyen los compuestos aniónicos que funcionan como estabilizadores y/o que son efectivos en combinación con un compuesto orgánico catiónico tal como fue descrito anteriormente para estabilizar al agente de acabado en una fase acuosa así como los compuestos aniónicos conocidos como útiles como dispersantes en la preparación de las dispersiones de acabado. Preferentemente el compuesto aniónico es soluble en agua o dispersable en agua. El estabilizador aniónico puede seleccionarse de los compuestos orgánicos o inorgánicos y puede derivarse de fuentes naturales o sintéticas. El estabilizador

aniónico del sistema dispersante contiene uno o más grupos aniónicos del mismo o diferentes tipos e incluye los compuestos aniónicos que tienen un grupo aniónico y los compuestos aniónicos que tienen dos o más grupos aniónicos, de aquí en adelante llamado polielectrolito aniónico. El término polielectrolito aniónico está pensado para incluir también a los compuestos aniónicos que actúan como un polielectrolito, por ejemplo, a través de una interacción o atracción no iónica química. En una configuración preferida, el estabilizador aniónico es un polielectrolito aniónico. Ejemplos de grupos aniónicos adecuados, es decir grupos que son aniónicos o se vuelven aniónicos en agua, incluyen fosfato, fosfonato, sulfato, sulfonato, ácido sulfónico y grupos de ácido carboxílico y sales de ellos, normalmente sales de amonio o de metales alcalinos (generalmente sodio). Los grupos aniónicos pueden ser nativos o introducidos por medio de una modificación química de manera conocida. El estabilizador aniónico puede tener un grado de sustitución aniónico (DS_A) que varía sobre una amplia gama; el DS_A puede ser de 0,01 a 1,4, adecuadamente de 0,1 a 1,2 y preferentemente de 0,2 a 1,0. Los polielectrolitos aniónicos pueden contener uno o más grupos catiónicos con tal de que tenga una carga aniónica global.

En una configuración preferida, el estabilizador aniónico se selecciona de compuestos orgánicos. Los estabilizadores aniónicos adecuados de este tipo incluyen compuestos poliméricos tales como aquellos en base a lignina o polisacáridos como los almidones, las gomas guar, las celulosas, las quitinas, los quitosanos, los glicanos, los galactanos, los glucanos, las gomas xantan, los



mananos, las dextrinas, etc., preferentemente ligninas fosfatadas, sulfonadas y carboxiladas o polisacáridos, así como polímeros orgánicos sintéticos como los productos de condensación, por ejemplo los poliuretanos aniónicos y los compuestos aniónicos poliméricos en base a naftaleno, por ejemplo los sulfonatos de naftaleno condensados, y además polímeros de adición vinílica formados a partir de monómeros con grupos aniónicos, por ejemplo el ácido acrílico, el ácido metacrílico, el ácido maleico, el ácido itacónico, el ácido crotónico, el ácido vinilsulfónico, estireno sulfonado y fosfatos de acrilatos y metacrilatos de hidroxialquilo, opcionalmente copolimerizados con monómeros no iónicos incluyendo acrilamida, acrilatos de alquilo, estireno y acrilonitrilo así como también los derivados de tales monómeros, ésteres vinílicos, y similares. Los estabilizadores orgánicos aniónicos particularmente preferidos incluyen los polisacáridos aniónicos, por ejemplo los derivados de celulosa como las carboximetil celulosas, los sulfonatos de naftaleno o de lignina condensados, los polímeros aniónicos en base a acrilamida y los polímeros en base a ácido acrílico y monómeros ácidos similares.

En una configuración de la invención, el estabilizador aniónico es hidrofóbicamente modificado y contiene uno o más grupos hidrofóbicos, adecuadamente siendo un polisacárido hidrofóbicamente modificado, preferentemente carboximetil celulosa. Ejemplos de grupos adecuados incluyen los sustituyentes hidrofóbicos que contienen de 4 a cerca de 30 átomos de carbono, amidas notablemente hidrofóbicas, sustituyentes de ésteres y de

68021052
 10/10/1968
 10/10/1968

éteres que comprenden una cadena hidrocarbonada saturada o insaturada de por lo menos 4 y preferentemente de 8 a 30 átomos de carbono, opcionalmente interrumpiéndose por uno o más heteroátomos, por ejemplo oxígeno o nitrógeno, y/o grupos que contienen un heteroátomo, por ejemplo carbonilo o aciloxilo.

En el caso de que el estabilizador aniónico sea un compuesto orgánico o polímero, su peso molecular promedio en peso es preferentemente sobre cerca de 200 más preferentemente sobre 500, pero es preferentemente por debajo de 50000.

En otra configuración, el estabilizador aniónico se selecciona de materiales aniónicos inorgánicos, preferentemente polielectrolitos inorgánicos aniónicos tales como, por ejemplo, compuestos que contienen átomos de silicio, por ejemplo, varias formas de ácido silícico condensado o polimerizado que tienen grupos hidroxilo negativos, por ejemplo el ácido silícico oligomérico, el ácido polisilícico, los polisilicatos y los polialuminosilicatos.

El estabilizador aniónico también puede seleccionarse de material microparticulado en donde tanto los materiales aniónicos orgánicos como inorgánicos están comprendidos. Los materiales particulados adecuados de este tipo incluyen polímeros de adición vinílica aniónica altamente entrecruzados, por ejemplo los polímeros en base a acrilamida y en base a acrilato, los polímeros de condensación aniónicos, por ejemplo los soles de ácido sulfónico con melamina, los materiales inorgánicos en base a sílice, por ejemplo los materiales del tipo presente en los soles acuosos en base a sílice como los soles de sílice, soles de



24

sílice aluminados, soles de aluminosilicato, microgeles de polisilicato y microgeles de polialuminosilicato, así como también geles de sílice y sílice precipitada. El material microparticulado es preferentemente coloidal, es decir, en el rango coloidal de tamaño de partícula. Las partículas coloidales adecuadamente tienen un tamaño de partícula de cerca de 1 nm a cerca de 40 nm, preferentemente de 2 a 35 nm y más preferentemente de 2 a 10 nm.

Una agente de acabado no reactivo para celulosa está preferentemente presente en la dispersión en una cantidad de cerca de 0,1 a cerca de 50 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,5 a cerca de 50 % en peso. Los agentes de acabado no reactivo para celulosa adecuados son materiales poliméricos que preferentemente tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 50000, más preferentemente desde 50000 hasta cerca de 1000000. Preferentemente el material polimérico es hecho a partir de monómeros etilénicamente insaturados.

Los polímeros particularmente adecuados incluyen copolímeros de estireno o estirenos sustituidos con por lo menos un otro tipo de monómeros etilénicamente insaturados, preferentemente comprendiendo monómeros que contienen uno o más grupos carboxilo. Ejemplos de tales monómeros incluyen el anhídrido maleico, el ácido acrílico, el ácido metacrílico y el ácido itacónico, así como los ésteres, amidas y nitrilos de ellos, de los cuales los ésteres son particularmente preferidos. Los ésteres preferidos son los ésteres de alquilo en donde el grupo alquilo preferentemente tiene de 1 a 12 átomos de carbono, más



preferentemente de 1 a 5 átomos de carbono. Particularmente preferidos son los ésteres de ácido acrílico o ácido metacrílico. Ejemplos de grupos alquilo adecuados son el metilo, etilo, propilo, n-butilo, iso-butilo, tert-butilo y 2-butilo. Una mezcla de por lo menos dos acrilatos o metacrilatos de butilo isoméricos, tales como el acrilato o metacrilato de n-butilo y de t-butilo, son particularmente preferidos. Los monómeros como fue descrito anteriormente también pueden ser co-polimerizados con otros monómeros etilénicamente insaturados.

En una configuración preferida el agente de acabado no reactivo para celulosa es un co-polímero obtenido a partir de monómeros etilénicamente insaturados que comprenden desde cerca de 20 a cerca de 80 % en peso, preferentemente desde cerca de 30 a cerca de 70 % en peso de estireno o estireno sustituido, desde cerca de 20 a cerca de 80 % en peso, preferentemente desde cerca de 30 a cerca de 70 % en peso de acrilato o metacrilato de alquilo, y desde 0 a cerca de 15 % en peso, preferentemente desde 0 a cerca de 10 % en peso de otros monómeros etilénicamente insaturados.

La dispersión de la invención también puede comprender otros componentes, tales como uno o más biocidas, antiespumantes, compuestos inorgánicos tal como compuestos de aluminio o circonio, etc.

La dispersión de la invención es preferentemente predominantemente aniónica lo cual reduce el riesgo de interferencia con los componentes aniónicos usados en la fabricación de papel. El pH es preferentemente de cerca de 2 a



cerca de 6, más preferentemente de cerca de 3 a cerca de 5, lo cual mejora la estabilidad de, por ejemplo, los dímeros de cetena. La viscosidad es preferentemente de cerca de 1 a cerca de 300 mPas, más preferentemente de cerca de 5 a cerca de 100 mPas. El contenido seco es preferentemente de cerca de 1 a cerca de 50 % en peso, más preferentemente de cerca de 5 a cerca de 40 % en peso.

Se ha encontrado posible proporcionar una dispersión de la invención con baja viscosidad y en donde tanto en la estabilidad de almacenamiento estática como la estabilidad térmica son excelentes. Además, la dispersión de la invención se ha encontrado muy eficiente tanto para los materiales de acabado interno como para los materiales de acabado de superficie en la fabricación de papel.

El término "papel", como es usado aquí, está pensado que incluye no sólo el papel ordinario sino que también todos los tipos de productos en base a celulosa en forma de lámina o tejido, incluyendo, por ejemplo, cartulina y cartón. Sin embargo, la invención es particularmente ventajosa para la preparación de papel gráfico para ser usado en todos los tipos de procesos de impresión, tal como la impresión por inyección de tinta, impresión láser, copiado, etc.,

La invención también dice relación con un proceso para la preparación de una dispersión como fue descrito anteriormente. El proceso comprende las etapas de reunir a por lo menos un agente de acabado reactivo para celulosa seleccionado del grupo consistente de dímeros de cetena, y multímeros, y por lo menos un



47

agente de acabado no reactivo para celulosa, y por lo menos un emulsificante seleccionado del grupo consistente de fosfato de oxialquileno y ésteres sulfato y sales de ellos, en presencia de agua para obtener una mezcla, y homogenizar la mezcla para obtener una dispersión acuosa. La temperatura durante la homogenización es preferentemente lo suficientemente alta como para que el agente de acabado reactivo para celulosa sea líquido, y es en la mayoría de los casos preferentemente de cerca de 20 a cerca de 100 °C, más preferentemente de cerca de 50 a cerca de 95 °C. Preferentemente el agente de acabado no reactivo para celulosa se agrega en la forma de una dispersión acuosa, por ejemplo un material de acabado no reactivo para celulosa comercialmente disponible tal como las dispersiones de pcli (estireno/ acrilato) comercializadas bajo las marcas de fábrica Jetsize® AE 27, AE 35 y AE 76 (Eka Chemicals AB), Basoplast® 400 DS (BASF), Perglutin® A 281 (Giulini), o una dispersión como es descrito en la Patente US 6426381. Más aún, se prefiere, antes de la homogenización, también agregar un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos de cerca de 10000 o un estabilizador aniónico, o ambos, lo cual es más preferido. Con respecto a variantes adecuadas y preferidas de los componentes y cantidades de ellos, la descripción anterior de la dispersión como tal es referida.

La invención además dice relación con el uso de una dispersión de acuerdo con la invención como fue descrita anteriormente para los materiales de acabado de superficie de papel y un proceso para la producción de papel que comprende las



etapas de formar un tejido de papel a partir un stock que contiene fibras de celulosa y la aplicación a la superficie del tejido de papel de una dispersión acuosa de acuerdo con la invención como fue descrito anteriormente. La dispersión puede aplicarse al tejido de papel por todos los métodos conocidos en una prensa de cabado u otro equipo adecuado y es preferentemente incluida en el licor de prensa de los materiales de acabado. Preferentemente una dispersión de la invención es proporcionada al papel en una cantidad de cerca de 0,05 a cerca de 20 % en peso, preferentemente de cerca de 0,1 a cerca de 10 % en peso, en base a la cantidad de papel producido. Es además posible proporcionar con el licor de prensa de los materiales de acabado uno o más de los siguientes componentes: agentes de blanqueo ópticos, preferentemente en una cantidad de cerca de 0 a cerca de 2 % en peso de la cantidad de papel producido, pigmentos (por ejemplo la tiza, carbonato de calcio precipitado, caolín, dióxido de titanio, sulfato de bario o yeso), preferentemente en una cantidad de cerca de 0 a cerca de 15 g/m² de papel producido, almidón, preferentemente en una cantidad de cerca de 0 a cerca de 5 g/m² de producto de papel, entrecruzantes tales como los compuestos de circonio, los insolubilizantes, los antiespumantes, etc.

La invención además dice relación con el uso de una dispersión de acuerdo con la invención como fue descrito anteriormente para los materiales de acabado interno en la producción de papel y un proceso para la producción de papel que comprende las etapas de agregar una dispersión de acuerdo con la



invención como fue descrito anteriormente a un stock que contiene fibras de celulosa, y drenando el stock en un alambre para obtener papel y agua blanca. La dispersión puede agregarse separadamente o puede ser pre-mezclada con uno o más de otros aditivos, tal como una ayuda de retención.

El stock preferentemente contiene desde cerca de 50 a cerca de 100 % en peso, más preferentemente desde cerca de 70 a cerca de 100 % en peso de fibras de celulosa, en base al stock seco. Preferentemente el stock también contiene uno o más rellenos, por ejemplo, los rellenos minerales tales como caolín, arcilla de loza, dióxido de titanio, yeso, talco, tiza, mármol de tierra o carbonato de calcio precipitado, y opcionalmente otros aditivos comúnmente usados, tal como las ayudas de retención, los compuestos de aluminio, los tintes, las resinas de fuerza mojadas, los agentes de blanqueadores ópticos, etc. Ejemplos de compuestos de aluminio incluyen alumbre, aluminatos y los compuestos de polialuminio, por ejemplo, los cloruros y los sulfatos de polialuminio. Ejemplos de ayudas de retención incluyen los polímeros catiónicos, los materiales inorgánicos aniónicos en combinación con los polímeros orgánicos, por ejemplo, bentonita en combinación con los polímeros catiónicos, soles en base a sílice en combinación con polímeros catiónicos o polímeros catiónicos y aniónicos.

Una dispersión de la invención es preferentemente agregada al stock y/o al tejido de papel en una cantidad de tal forma que la cantidad total de agente de acabado reactivo para celulosa agregado es de cerca de 0,01 a cerca de 10 % en peso, más



12

preferentemente de cerca de 0,03 a cerca de 5 % en peso del papel producido, mientras que la cantidad total de agente de acabado no-reactivo para celulosa agregado preferentemente es de cerca de 0,01 a cerca de 10 % en peso, más preferentemente de cerca de 0,3 a cerca de 5 % en peso del papel producido. Las cantidades exactas dependen de la calidad de la pulpa y del nivel de acabado deseado.

Se ha encontrado que mediante el uso de la dispersión de la invención el efecto de acabado en comparación al uso de materiales de acabado convencionales se mejora a dosis correspondientes de un agente de acabado reactivo para celulosa. La posibilidad de usar menores cantidades de agente de acabado para lograr un nivel deseado de materiales de acabado reduce el riesgo de acumulación de agentes de acabado no absorbidos en el agua blanca que se recircula en el proceso, por lo tanto reduciendo el riesgo de agregación y de deposición de los agentes de acabado en la máquina del papel. Así, la invención es particularmente ventajosa en los procesos con un alto grado de retención de agua blanca, por ejemplo donde, de 0 a 30 toneladas, normalmente menos de 20 toneladas, adecuadamente menos de 15 toneladas, preferentemente menos de 10 toneladas y más preferentemente menos de 5 toneladas de agua fresca se usan por tonelada de papel seco producido. Además, la invención da un rápido acabado en la máquina y un acabado muy uniforme. Además, la dispersión no interfiere significativamente con los fuertes componentes aniónicos presentes en el proceso de fabricación de papel, y por lo tanto no reduce la eficacia de, por ejemplo, los

agentes de blanqueo ópticos.

La invención se describirá ahora además en conexión con los siguientes Ejemplos los cuales, sin embargo, no pretenden limitar el alcance de ellas. A menos que se especifique otra forma, todas las partes y porcentajes se refieren a partes y porcentajes en peso.

Ejemplo 1: Una dispersión de acabado acuosa aniónica de acuerdo con la invención se preparó a partir de la siguiente formulación para 1 kg de dispersión:

60 g de AKD (dímero de alquilo cetena) (Keywax® SF100, Eka Chemicals)

115 g de dispersión acuosa de poli (estireno/ éster acrílico) (Jetsize® AE 76, Eka Chemicals)

2,75 g de cloruro de ditallow dimetil amonio (Arquad™ 2HT-75PG, Akzo Nobel)

4,5 g de éster de polioxietilen fosfato (Rhodafac™ RS-710, Rhodia)

3,6 g de un condensado de naftalen sulfonato de sodio condensado con formaldehído (Orotan™ SN Rohm & Haas Company)

balance hasta 1000 g: agua.

El cloruro de ditallow dimetil amonio fue mezclado con el dímero de alquil cetena fundido a 70 °C y la mezcla se pasó a través de un homogenizador en presencia de la dispersión de poli (estireno/ éster acrílico), la cual fue pre-mezclada con el éster de polioxietilen fosfato y el naftalen sulfonato de sodio condensado.

La dispersión se usó para el acabado interno en una máquina



de papel de una planta piloto que produce papel a partir de un fino surtido de papel con un 15 % de carbonato de calcio molido (Hidrocarb™ 50BG GCC, Omya) y un 0,6% de agente de blanqueo óptico. El sistema de retención usado fue de 0,5 % de almidón de papa catiónico (Hi-Cat™ 142, Roquette) y 0,3 % de sol de sílice aniónico (Eka™ NP 442, Eka Chemicals). Para comparación, el papel se produjo bajo las mismas condiciones pero acabado con una dispersión AKD estándar Keydime® C (Eka Chemicals). Los papeles se probaron con respecto a la absorción de agua de acuerdo con Cobb 60 (método de prueba Tappi T 441om-90) y la resistencia a la tinta de acuerdo con HST 80 (método de prueba Tappi T 530 pm-89). Los resultados se muestran en la tabla a continuación:

Producto	Keydime® C			Ejemplo de invención 1		
	0,5	0,7	0,9	0,5	0,7	0,9
Dosificación AKD (kg/t de papel)						
Cobb 60 (g/m ²)	33	24	22	26	22	21
HST 80 (segundos)	104	302	378	192	346	470

Parece que la dispersión de la invención da un acabado considerablemente mejorado que el acabado en base a AKD convencional.

Ejemplo 2: Una dispersión de la invención se preparó de la misma manera que en el Ejemplo 1 a partir de 30 g de Keywax® SF100, 200 g de Jetsize® AE 76, 4,8 g de Arquad™ 2HT-75PG, 6,3 g de Rhodafac™ RS-710, 6,3 g de Orotan™ SN y agua hasta 1000 g. La dispersión se usó para el acabado de superficie de un papel pre-



acabado internamente (Cobb 60 = 37 g/m²) producido a partir de un surtido de papel fino que contiene un 18 % de carbonato de calcio molido (Hidrocarb[™] 50 BG; GCC Omya) y con ASA (Lasar[®] 220, Eka Chemicals) como el agente de acabado interno en una cantidad de 0,75 kg por tonelada de papel. El peso base fue de 80 g/m². El sistema de retención fue de 0,5 % de almidón de papa catiónico (Hi-Cat[™] 142, Roquette) y 0,5 % de sol de sílice aniónico (Eka[™] NP 780, Eka Chemicals). Adicionalmente un 0,6 % de agente de blanqueo óptico se agregó al stock. La dispersión de la invención se agregó a la prensa de materiales de acabado en conjunto con almidón de papa oxidado (Perfectamyl[™] P 255 SH, Avebe) a un 5 % de contenido de sólidos. Para comparación, el mismo tipo de papel fue acabado en su superficie bajo las mismas condiciones con un material de acabado de superficie estándar en base a una dispersión de co-polímero estireno de acrilato (Jetsize[®] AE 76, Eka Chemicals). Los papeles se probaron con respecto a la absorción de agua de acuerdo con Cobb 60 y la resistencia a la tinta de acuerdo con HST 80. Los resultados se muestran en la tabla a continuación:

Producto	Jetsize [®] AE 76				Ejemplo de invención 2			
Dosificación (% de componentes activos* de papel producido)	0,025	0,035	0,05	0,08	0,01	0,02	0,03	0,04
				5				
Cobb 60 (g/m ²)	33	32,1	30,4	24,8	36,2	25	22,8	22,1
HST 80 (segundos)	89	91	119	161	67	148	171	208

* Los componentes activos dicen relación con la cantidad total de



12

dímeros de alquil cetena y co-polímero estireno acrilato.

Parece que la dispersión de la invención da un acabado considerablemente mejorado que el acabado de superficie convencional.

Ejemplo 3: La dispersión se preparó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y la estabilidad de almacenamiento estático se probó almacenando las muestras en botellas durante cinco semanas y luego midiendo el contenido seco en la parte superior e inferior de las botellas. Las formulaciones (para 1 kg de dispersión) y los resultados se muestran en la tabla a continuación:

Formulación	(a)	(b)	(c)	(d)
Keywax® SF 100 (g)	60	60	60	60
Jetsize® AE 76 (g)	86	86	86	86
Arquad™ 2HT-75PG (g)	2,75	2,75	2,75	2,75
Rhodafac™ RS-710 (g)		0,7	3,6	6,7
Orotan™ SN (g)	3,6	3,6	3,6	3,6
Agua	csp	csp	csp	csp
Contenido seco en la parte superior después de 5 semanas (%)	Separado en dos fases	10,3	10,8	11,2
Contenido seco en la parte inferior después de 5 semanas (%)	Separado en dos fases	6,0	10,3	11,1

Parece que la muestra sin éster de polioxietilen fosfato ya se había separado en dos fases después de cinco semanas de

almacenamiento.

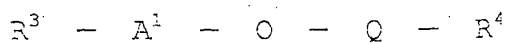
Ejemplo 4: Se prepararon las dispersiones de la misma manera que en el Ejemplo 1 y la estabilidad térmica se probó agitando las muestras 10 días a 250 rpm y 30 °C y midiendo la distribución de tamaño de las partículas. Las formulaciones (para 1 kg de dispersión) y los resultados se muestran en la tabla a continuación. Los números para el tamaño de partícula se refieren al tamaño de la partícula al 50 % y 90 % en volumen, respectivamente, de las partículas en cada muestra que son más pequeñas según lo indicado en la Tabla. Así, en la Formulación (1) después de 10 días, 50 % de las partículas fueron más pequeñas que 0,59 μm y el 90 % era más pequeña que 0,92 μm .

Formulación	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Keywax® SF 100 (g)	60	60	60	60	60
Jetsize® AE 76 (g)	115	115	115	115	115
Arquad™ 2HT-75PG (g)	2,75	5,5	1,375	2,75	2,75
Rhodafac™ RS-710 (g)	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6
Orotan™ SN (g)	3,6	3,6	3,6	7,2	1,85
agua	csp	csp	csp	csp	csp
Tamaño de Partícula inicial 50 % / 90 % (μm)	0,56 / 0,85	0,64 / 1,47	0,53 / 0,86	0,58 / 0,95	0,61 / 1,05
Tamaño de partícula después de 7 días 50 % / 90 % (μm)	0,59 / 0,97	14,8 / 27,0	0,51 / 0,71	0,71 / 3,62	13,8 / 25,5
Tamaño de partícula después de 10 días 50 % / 90 % (μm)	0,59 / 0,92	14,7 / 25,0	0,68 / 16,1	0,72 / 16,9	14,2 / 24,4



REIVINDICACIONES

1. Una dispersión acuosa útil para el acabado interno o para el acabado de superficie en la producción de papel, CARACTERIZADA porque comprende por lo menos un agente de acabado reactivo para celulosa seleccionado del grupo consistente de dímeros y multímeros de cetena, por lo menos un agente de acabado no reactivo para celulosa, y por lo menos un emulsificante seleccionado del grupo consistente de fosfato de oxialquileno y ésteres sulfato y sales de ellos.
2. Una dispersión de acuerdo con la reivindicación 1, CARACTERIZADA porque además comprende por lo menos un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos de cerca de 10000.
3. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 2, CARACTERIZADA porque además comprende por lo menos un estabilizador aniónico.
4. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, CARACTERIZADA porque comprende por lo menos un emulsificante seleccionado del grupo consistente de ésteres de oxialquilen fosfato y sales de ellos.
5. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, CARACTERIZADA porque el fosfato de oxialquileno y los ésteres sulfato son de la fórmula:



en donde A^1 y A^2 , independientemente de cada uno de los otros, son cadenas de oxialquileno;



Q es $\text{PO}(\text{OH})$ ó SO_2 ; y,

R^3 y R^5 , independientemente de cada uno de los otros, son grupos hidrocarbonados.

6. Una dispersión de acuerdo con la reivindicación 5, CARACTERIZADA porque Q es $\text{PO}(\text{OH})$.
7. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 6, CARACTERIZADA porque el agente de acabado no reactivo para celulosa se selecciona del grupo consistente de copolímeros de estireno o estireno sustituido con por lo menos un otro tipo de monómeros etilénicamente insaturados.
8. Una dispersión de acuerdo con la reivindicación 7, CARACTERIZADA porque dicho por lo menos un otro tipo de monómeros etilénicamente insaturados se seleccionan del grupo consistente de ésteres alquílicos de ácido acrílico o ácido metacrílico.
9. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2 - 8, CARACTERIZADA porque el compuesto orgánico catiónico es un surfactante seleccionado del grupo consistente de compuestos que tienen la fórmula general $\text{R}_4\text{N}^+\text{X}^-$, en donde cada grupo R, independientemente de los otros, es hidrógeno o un grupo hidrocarbonado que tiene de 1 a 30 átomos de carbono, y X es un anión.
10. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3 - 9, CARACTERIZADA porque el estabilizador aniónico se selecciona del grupo consistente de naftaleno condensado y sulfonatos de lignina.



11. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 10, CARACTERIZADA porque la dispersión es predominantemente aniónica.
12. Una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 11, CARACTERIZADA porque el pH es de cerca de 2 a cerca de 6.
13. Un proceso para la preparación de una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 12, CARACTERIZADO porque comprende las etapas de reunir a por lo menos un agente de acabado reactivo para celulosa seleccionado del grupo consistente de dímeros y multímeros de cetena, por lo menos un agente de acabado no reactivo para celulosa, y por lo menos un emulsificante seleccionado del grupo consistente de fosfato de oxialquileño y ésteres sulfato y sales de ellos, en presencia de agua para obtener una mezcla, y homogenizar la mezcla para obtener una dispersión acuosa.
14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, CARACTERIZADO porque además comprende las etapas de agregar un compuesto orgánico catiónico que tiene un peso molecular promedio en peso de menos de cerca de 10000 y un estabilizador aniónico antes de homogenizar la mezcla.
15. El uso de una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 12, CARACTERIZADO para el acabado de superficie del papel.
16. El uso de una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 12, CARACTERIZADO para el acabado interno en la producción de papel.



17. Un proceso para la producción de papel CARACTERIZADO porque comprende las etapas de formar un tejido del papel a partir de un stock que contiene fibras de celulosa y aplicar a la superficie del tejido de papel una dispersión acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 12.
18. Un proceso para la producción de papel CARACTERIZADO porque comprende las etapas de agregar una dispersión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 12 a un stock que contiene fibras de celulosa, y drenar el stock en un alambre para obtener papel y agua blanca.



Extracto de publicación Folio 60

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 05 - 72,311
FECHA : SEPTIEMBRE 19 DE 2005

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 05005-01-01 00000000 folios: 61
Fecha (ARD): 2005-09-29 17:36:24
Tramite : 011 PAT-PAIENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	31556011	19/09/2005	33,981,560.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	443,000.00
		TOTAL :	\$ 443,000.00

SON: CUATROCIENTOS CUARENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE :



RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

010 11214-841-035-3

6/2

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
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 se 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 o 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 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: 

Fecha:

163
62

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
FERRERO EMILIO
Apoderado(a) y/o Representante de
AKZO NOBEL N.V.

REFERENCIA	Radicación No.	5 98940
	Solicitud internacional	SE2004/000306
	Fecha inicio fase nacional	01/11/2005
	Trámite	11
	Evento	379
	Actuación	430
	Oficio No.	10404

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. El solicitante debe presentar un nuevo título que permita identificar la materia de la cual trata la solicitud, ya que el título relacionado no se encuentra con la precisión necesaria para identificar claramente el objeto de la solicitud de patente. (Regla 4.3 PCT, Art 26-27 D-486, Circular única 5.2.9)

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos 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 numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No.10 de 2001.

ALIX CARMENZA CESPÉDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 04 NOV 2005
adpall

✓
A NOV 2007