

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 573 538**

51 Int. Cl.:

C08G 73/02 (2006.01)

C08F 283/00 (2006.01)

C08F 290/06 (2006.01)

D21H 17/45 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2005 E 05823901 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.03.2016 EP 1846477**

54 Título: **Dispersión de polímero y proceso de preparación de una dispersión de polímero**

30 Prioridad:

28.12.2004 EP 04107023

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

08.06.2016

73 Titular/es:

**KEMIRA OYJ (50.0%)
Porkkalankatu 3
00180 Helsinki, FI y
FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR
FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN
FORSCHUNG E.V. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**HAHN, MATHIAS;
JAEGER, WERNER;
LASCHEWSKY, ANDRÉ;
PAULKE, BERND;
PRZYBYLA, CHRISTIAN y
SIEGER, ACHIM**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 573 538 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispersión de polímero y proceso de preparación de una dispersión de polímero

5 La presente invención se refiere a un proceso para preparar una dispersión acuosa de polímero. También se refiere a un proceso para preparar un estabilizador polimérico, un estabilizador polimérico, una dispersión acuosa de polímero, el uso de la dispersión de polímero y a un proceso para producir papel.

Antecedentes de la invención

10 Las dispersiones acuosas de polímeros catiónicos se usan, por ejemplo, como adyuvantes de retención en la industria de fabricación del papel. Otros usos son, por ejemplo, como floculantes para tratar las agua residuales, como espesantes y agentes mejoradores de suelos. En general, estas dispersiones de polímero comprenden un polímero dispersado y un dispersante, denominado también estabilizador, que normalmente es un dispersante polimérico. El estabilizador estabiliza la dispersión de polímero de tal manera que el polímero dispersado se mantiene en un estado dispersado.

15 Estas dispersiones de polímero, en general, se preparan polimerizando una mezcla de reacción de monómeros solubles en agua en presencia de un primer estabilizador que actúa como un dispersante y un segundo "estabilizador complementario", que actúa como agente precipitante. El polímero acabado precipitará y formará una dispersión de polímero estable. De este modo, no está presente una cantidad significativa de sal inorgánica.

20 Hay un número de criterios que la dispersión de polímero debería satisfacer para dar buenos resultados en la aplicación final y para ser de interés comercial. Tales criterios son, por ejemplo, la viscosidad de proceso, el contenido de principios activos, estabilidad, buenas propiedades de retención e hidratación, y facilidad de preparación de la dispersión de polímero, incluyendo preparación del dispersante. Asimismo, criterios tales como aspectos medioambientales y de seguridad son de gran importancia.

25 Por viscosidad de proceso se entiende la viscosidad de la mezcla de reacción cuando se produce la dispersión de polímero. La viscosidad debería mantenerse baja y los picos de viscosidad deberían evitarse, o al menos reducirse tanto como sea posible, durante la producción de la dispersión de polímero.

30 También es deseable que la viscosidad final de la dispersión de polímero sea tan baja como sea posible para un cierto contenido de polímero, para una manipulación más fácil durante el uso, por ejemplo capacidad de bombeo.

35 La vida útil de la dispersión, es decir, la estabilidad de la dispersión de polímero con el tiempo, es una propiedad importante. Se necesita un estabilizador eficaz para mantener las partículas de polímero estables en dispersión sin que sedimenten como un sedimento.

40 Otro factor importante a considerar es el contenido de principio activo, es decir, la cantidad de polímero dispersado en la dispersión de polímero. Un mayor contenido de principio activo da menores costes de transporte y una manipulación más fácil en la aplicación final. Usando un estabilizador eficaz pueden obtenerse dispersiones con un mayor contenido de principio activo, al mismo tiempo que la viscosidad puede mantenerse baja. Sin embargo, puede ser difícil combinar un alto contenido de principio activo con un buen rendimiento de retención y deshidratación en un proceso de fabricación de papel.

45 La carga catiónica de un polímero dispersado afecta a su capacidad de formar dispersiones estables. Existen razones para proporcionar dispersiones de polímero estables con una carga catiónica comparativamente baja. Tales razones son, por ejemplo, límites impuestos por la FDA de monómeros catiónicos para cierto uso, coste, riesgo de sobrecarga de la suspensión celulósica cuando se usa en la fabricación de papel.

50 Durante la preparación de una dispersión de polímero, pueden formarse depósitos de polímero y pegarse al recipiente de reacción y el agitador. Esto conduce a procedimientos de limpieza que consumen tiempo del equipo de reacción.

55 El documento WO03/097703 A1 divulga una dispersión de polímero que comprende un estabilizador polimérico y también un polielectrolito catiónico como estabilizador complementario. El documento US 6075089 divulga un estabilizador que es un copolímero de injerto.

60 Cuando se preparan dispersiones de polímero de acuerdo con lo anterior, los estabilizadores usados en los procesos de la técnica anterior han sido aquellos que se preparaban por adelantado. Por ejemplo, en el documento WO 03/097703 A1 los monómeros se polimerizan en un polímero dispersado en presencia de un estabilizador prefabricado. De esta manera, la preparación de un estabilizador añade una etapa extra a todo el proceso de preparación de la dispersión de polímero, lo que requiere tiempo, equipo y conduce a costes.

65

El documento WO 00/14124 A1 divulga un método para la preparación de polímeros solubles en agua catiónicos de alto peso molecular. La solución sirve para proporcionar un polímero de base catiónica y añadir un agente de reticulación en una cantidad suficiente para dar una viscosidad del producto deseada. Sin embargo, el documento WO 00/14124A1 no cita que la estabilidad sea un asunto a tener en cuenta.

5 Un objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso para preparar una dispersión de polímero que puede prepararse en unas pocas etapas y en el que la viscosidad del proceso se mantiene baja y moderada durante la preparación, sin un pico grande de viscosidad y que no da depósitos. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar una dispersión de polímero que tiene alta estabilidad, y una carga catiónica comparativamente baja, un alto contenido en principio activo sin una viscosidad demasiado alta, y que al mismo tiempo da una buena retención y deshidratación cuando se usa en procesos de fabricación de papel. También es un objetivo de la presente invención proporcionar un estabilizador polimérico.

15 La invención

De acuerdo con la invención, se ha encontrado sorprendentemente que una dispersión de polímero estable que tiene un alto contenido de principio activo de un polímero dispersado y una baja viscosidad de proceso puede conseguirse mediante un proceso para preparar una dispersión acuosa de polímero de acuerdo con la presente invención. El proceso comprende hacer reaccionar, en presencia de un estabilizador complementario catiónico polimérico (A), uno o más monómeros (m) y un polímero (B) de una mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero (x) que tiene un grupo amina primaria, secundaria o terciaria o amida y al menos una insaturación olefínica y, al menos, un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica, si se usa un monómero que tiene un grupo amida, el polímero se hidroliza para convertir la funcionalidad amida en una funcionalidad amina

25 Por "dispersión de polímero estable" se entiende en este documento que hay adecuadamente una distribución uniforme de partículas de polímero en una solución acuosa que tienen una viscosidad de cizalla a 1/s por debajo de 10.000 mPa.s (husillo Brookfield 5). Para considerarla una dispersión "estable", debe haber menos de aproximadamente un 5 % en peso de sedimento cuando se centrifuga la dispersión a 3.000 rpm durante 30 minutos, preferentemente menos de aproximadamente 1 % en peso, calculado como basado en el polímero dispersado.

30 De acuerdo con la invención, se proporciona también una dispersión de polímero que comprende: 1) un polímero dispersado que comprende una o más unidades monoméricas originadas de uno o más monómeros (m) y, 2) un estabilizador catiónico polimérico (A) que es un polímero resultante de la reacción de: un polímero de una mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero (x) que tiene un grupo amina primaria, secundaria o terciaria o amida y al menos una insaturación olefínica, y un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica, si se usa un monómero que tiene un grupo amida, el polímero se hidroliza para convertir la funcionalidad amida en una funcionalidad amina y, uno o más monómeros (m), y 3) un estabilizador complementario catiónico polimérico (A), como se cita en la reivindicación 2. La dispersión de polímero es adecuadamente una dispersión de polímero soluble en agua.

35 El peso molecular promedio en peso del polímero dispersado es adecuadamente de aproximadamente 1.000.000 a aproximadamente 15.000.000 g/mol, preferentemente de aproximadamente 6.000.000 a aproximadamente 9.000.000 g/mol.

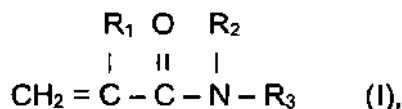
40 De acuerdo con la invención se proporciona también un proceso para preparar un estabilizador polimérico (C) que comprende: a) hacer reaccionar una mezcla que comprende un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica y un monómero (x) que tiene un grupo amina primaria, secundaria o terciaria o amida y al menos una insaturación olefínica, formar un polímero intermedio (B), si se usa un monómero que tiene un grupo amida, el polímero intermedio (B) se hidroliza para convertir la funcionalidad amida en una funcionalidad amina y, después, b) hacer reaccionar el polímero intermedio, en presencia de un estabilizador complementario catiónico polimérico, con uno o más monómeros (m), formar el estabilizador polimérico (C), como se cita en la reivindicación 1.

45 De acuerdo con la invención, se proporciona también un estabilizador polimérico (C) que es un polímero de injerto, estando formada su estructura básica por los monómeros (y) y (x) y sus ramificaciones de injerto de monómero o monómeros (m). Las ramificaciones injertadas del polímero de injerto se injertan adecuadamente en las unidades de monómero (x). Más específicamente, la estructura básica del estabilizador polimérico (C) comprende, en forma polimerizada, un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica y un monómero (x) que tiene un grupo amina primaria, secundaria o terciaria y al menos una insaturación olefínica, comprendiendo sus ramificaciones injertadas, en forma polimerizada, uno o más monómeros (m).

50 La dispersión acuosa de polímero es adecuadamente una dispersión exenta de sal. Por "exenta de sal" se entiende en este documento que no está presente una cantidad sustancial de una sal inorgánica, especialmente una sal inorgánica aniónica polivalente. Por "ninguna cantidad sustancial" se entiende en este documento adecuadamente menos de aproximadamente el 1 % en peso, preferentemente menos de aproximadamente el 0,5 % en peso, más preferentemente menos de aproximadamente el 0,1 % en peso.

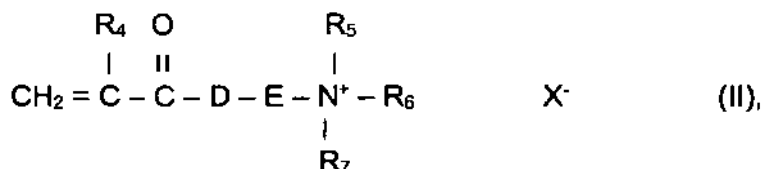
La viscosidad Brookfield a 25 °C (husillo 5 a 1 s⁻¹) de la dispersión de polímero es adecuadamente de aproximadamente 100 a aproximadamente 10.000 mPas, preferentemente de aproximadamente 500 a aproximadamente 5.000 mPas, lo más preferentemente de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 3.000 mPas.

5 Los monómeros (m) comprenden un monómero no iónico, (m₁), y un monómero catiónico, (m₂). El monómero no iónico, (m₁), es una monómero de la fórmula general (I)



10 en la que R₁, es hidrógeno o metilo, y R₂ y R₃ son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C₁-C₂, isopropilo, metilol, hidroxietilo o hidroxipropilo, o el monómero no iónico (m₁) es N-t-butilacrilamida o N-t-butilmetacrilamida. El monómero (no iónico) (m₁) es adecuadamente acrilamida, metacrilamida, N-isopropilacrilamida N-isopropilmetacrilamida, N-t-butilacrilamida, N-t-butilmetacrilamida, N-metilolacrilamida o N- metilolmetacrilamida.

15 El monómero catiónico, (m₂), es un monómero de la fórmula general (II):

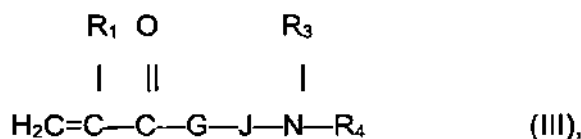


20 en la que R₄ es hidrógeno o metilo, R₅, R₆ y R₇ son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C₁-C₈ o bencilo, D es oxígeno o NH, E es alquilo C₂-C₄ o hidroxialquilo C₂-C₄, X⁻ es un contraión aniónico, adecuadamente un anión monovalente, por ejemplo, cloruro. El monómero catiónico (m₂) es adecuadamente cloruro de acrililoil-oxietil-trimetilamonio (ADAM), cloruro de acrililoil-oxietil-bencildimetil-amonio (ADAM BQ), cloruro de metacrililoil-oxietil-trimetilamonio (MADAM), cloruro de metacrililoil-oxietil-bencildimetilamonio (MADAM BQ), cloruro de acrilamidopropil-trimetilamonio (TMAPAA), cloruro de acrilamidopropil-bencil-dimetilamonio (BDMAPAA), cloruro de metacril-amidopropil-tri-metilamonio (TMAPMA) o cloruro de metacril-amidopropil-bencildimetilamonio (BDMAPMA).

La relación molar entre el monómero (m₁) y el monómero (m₂) es adecuadamente de aproximadamente de 95:5 a aproximadamente 50:50, preferentemente de aproximadamente 92:8 a aproximadamente 85:15

30 El estabilizador complementario catiónico polimérico (A) es adecuadamente un homo- o co-polímero de monómeros m₂ de la fórmula general II. Los ejemplos de estabilizadores complementarios (A) adecuados son homo- y co-polímeros de DADMAC, N-trimetilamonio-propil-acrilamida, cloruro de acrililoil-oxietil-trimetil amonio (ADAM MQ), cloruro de acrililoil-oxietil-bencil-dimetilamonio (ADAM BQ), cloruro de metacrililoil-oxietil-trimetilamonio (MADAM MQ),
35 cloruro de vinilbencil-trimetil-amonio y vinilpiridina. Preferentemente, el estabilizador complementario es un homopolímero de DADMAC o N-trimetil-amonio-propil-acrilamida, opcionalmente en combinación con monómeros no iónicos tales como (met)acrilamida. Otros ejemplos de estabilizadores complementarios (A) adecuados son polietilenimina, polivinilamina y poliaminas. El estabilizador complementario catiónico polimérico (A) adecuadamente tiene un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 500.000 g/mol, preferentemente de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 100.000 g/mol, más preferentemente de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 20.000 g/mol. El estabilizador complementario puede ser también una mezcla de diferentes estabilizadores complementarios catiónicos poliméricos con el peso molecular mencionado anteriormente.

45 El monómero (x) se selecciona adecuadamente de monómeros de la fórmula general (III):



50 en la que R₁ es hidrógeno o metilo, R₃ y R₄ son, independientemente entre sí, hidrógeno, alquilo C₁-C₈, bencilo, alquilbencilo, metiloilo, hidroxietilo, 2-hidroxipropilo o trismetilol, G es NH u oxígeno, J es alquilo C₁-C₁₀, hidroxialquilo C₁-C₁₀, o -(CH₂-CH₂-O)_n-CH₂-CH₂-, n = 0, 1, 2, 3,... 10, o el monómero (x) se selecciona del grupo de metildialilamina, vinilpiridina, vinilimidazol o vinilbencildimetilamina. Preferentemente, el monómero (x) es dialilamina, dialilpropanolamina, N-vinilformamida, N-metil-N-vinilformamida o N-metil-N-vinilacetamida.

La relación en peso de monómero de amina o amida (x) a monómero catiónico (y) es adecuadamente de aproximadamente 0,1:100 a aproximadamente 50:100, preferentemente de aproximadamente 3:100 a aproximadamente 10:100.

- 5 La insaturación olefínica en el monómero catiónico (y) es adecuadamente una insaturación olefínica alfa. Preferentemente, la insaturación olefínica está presente como un grupo vinilo o alilo. El monómero catiónico (y) se selecciona adecuadamente del grupo de monómeros catiónicos m₂ o de cloruro de dialildimetilamonio, cloruro de N-metilvinilpiridinio, cloruro de N-metil-N-vinilimidazolio, cloruro de N-vinilbencil-trimetilamonio. Preferentemente, el monómero catiónico (y) es cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC), N-trimetilamonio-propil-acrilamida, o cloruro de acrililoxietil-trimetilamonio.

- 15 La dispersión de polímero puede comprender también otros estabilizadores tales como estabilizadores poliméricos, por ejemplo polímeros catiónicos. Estos polímeros catiónicos pueden ser homo- o co-polímeros, preparados a partir de al menos un monómero, que pertenecen al grupo de cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC), cloruro de vinilpiridinio, cloruro de N-vinilimidazolio, cloruro de vinil-bencil-trimetilamonio, cloruro de acrilil-oxietil-trimetilamonio (ADAM-MQ), cloruro de acrililoxietil-bencil-dimetilamonio (ADAM-BQ), cloruro de metacrililoxietil-trimetilamonio (MADAM), cloruro de metacrililoxietil-bencil-dimetilamonio (MADAM-BQ), cloruro de acrilamidopropil-trimetilamonio (TMAPAA), cloruro de acrilamidopropil-bencil-dimetilamonio, cloruro de metacrilamidopropil-trimetilamonio (BDMAPAA) cloruro de metacril-amidopropil-bencil-dimetilamonio (TMAPMA) y cloruro de metacrilamidopropil-bencil-dimetilamonio (BDMAPMA). Opcionalmente, un co-monómero adicional puede ser, por ejemplo, un acrilato de PEG o un copoliéster de bloques, tal como se describe en el documento WO 03/097703.

- 25 Como iniciadores de polimerización pueden usarse compuestos azo orgánicos, peróxidos orgánicos, peroxodisulfatos inorgánicos, peróxido de hidrógeno o iniciadores redox. Preferentemente, se usan compuestos azo catiónicos o peroxodisulfatos inorgánicos.

- 30 La invención se refiere también al uso de la dispersión acuosa de polímero descrita en el presente documento como adyuvante de retención y deshidratación en la fabricación de papel, como agente espesante y/o como agente mejorador de suelos.

- 35 En una realización preferida de la invención, se prepara un copolímero de cloruro de dialil-dimetilamonio (DADMAC) y un monómero de amina que es dialil amina (DAA), o dialil-2-propanolamina (DAPA). Se prepara una dispersión de polímero haciendo reaccionar el copolímero preparado con acrilamida y cloruro de acrililoxietil-dimetil-bencilamonio (ADAM BQ) en presencia de un homopolímero de DADMAC.

- 40 Finalmente, la presente invención se refiere a un proceso para la producción de papel a partir de una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas y opcionalmente cargas, que comprende añadir a la suspensión una dispersión acuosa de polímero como se describe en este documento, formar y drenar la suspensión en un hilo.

40 Ejemplos

Ejemplo 1: Un ejemplo de referencia que describe la formación del polímero B

- 45 Se preparó un copolímero de cloruro de dialil-dimetilamonio (DADMAC) con un 10 % en moles de dialil-2-propanolamina (DAPA) en un reactor de laboratorio por polimerización de una mezcla de 330 g de una solución acuosa de DADMAC al 65 % en peso, 24,1 g DAPA, 16,2 g de ácido clorhídrico (37 % en peso) y 700 g de agua adicionales. El pH se ajustó con hidróxido sódico a aproximadamente 4. La mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos junto con una purga de nitrógeno y después se le añadieron 4,3 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 25 ml de agua. La temperatura se elevó a aproximadamente 50 °C y la polimerización continuó durante 50 horas. Finalmente, se añadieron 6,58 g de hidróxido sódico disueltos en 150 ml de agua. Se consiguió un copolímero de DADMAC que tenía un peso molecular promedio en peso de 55.000 Dalton determinado por GPC.

Ejemplo 2: Un ejemplo de referencia que describe la formación del polímero B

- 55 Se preparó un copolímero de cloruro de dialil-dimetilamonio (DADMAC) con un 3 % en moles de dialilamina (DAA) en un reactor de laboratorio polimerizando una mezcla de 1.603 g de una solución acuosa de DADMAC al 65 % en peso, 19,76 g de DAA, 20,1 g de ácido clorhídrico (37 % en peso) y 30 g de una solución de EDTA al 1 % en peso. El pH se ajustó con hidróxido sódico a aproximadamente 4. La mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos junto con purga de nitrógeno y después se añadió durante tres horas con 3,5 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 60 ml de agua. La temperatura se elevó a aproximadamente 50 °C y la polimerización continuó durante 60 22 horas. Al día siguiente, se añadieron 200 ml de agua y 5,25 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 70 ml de agua. La temperatura se subió a 60 °C y la polimerización continuó durante 24 horas. El tercer día se añadieron otros 200 ml de agua y 4,0 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 60 ml de agua. La temperatura se mantuvo a 60 °C y la polimerización continuó durante 24 horas. Se consiguió un copolímero de DADMAC que tenía un peso molecular promedio en peso de 190.000 Dalton determinado por GPC.

Ejemplo 3: un ejemplo de referencia que describe la formación del polímero B

Se preparó un copolímero de cloruro de dialil-dimetilamonio (DADMAC) con un 10 % en moles de dialilamina (DAA) también en un reactor de laboratorio polimerización una mezcla de 1.092 g de una solución acuosa de DADMAC al 65 % en peso, 45,4 g de DAA, 49,9 g de ácido clorhídrico (37 % en peso) y 30 g de una solución de EDTA al 1 % en peso. El pH se ajustó con hidróxido sódico a aproximadamente 4. La mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos junto con una purga de nitrógeno y después se añadió durante cinco horas con 3,5 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 60 ml de agua. La temperatura se subió a aproximadamente 50 °C y la polimerización continuó durante 22 horas. Al día siguiente, se añadieron 400 ml de agua y 2,6 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 35 ml de agua. La temperatura se subió a 60 °C y después de dos horas se añadieron otros 2,6 g de iniciador azo (V-50) disuelto en 35 ml de agua. Después del aumento de viscosidad se añadieron 200 ml de agua y la polimerización continuó durante 24 horas. El tercer día la temperatura subió a 80 °C y se añadieron 585 ml de agua. Se añadieron 3,5 g de iniciador azo (V-50) disueltos en 60 ml de agua. Al final del tercer día la mezcla se enfrió. Se consiguió un copolímero de DADMAC que tenía un peso molecular promedio en peso de 230.000 Dalton determinado por GPC.

Ejemplos 4-6:

Se prepararon dispersiones de polímero polimerizando mezclas de monómero que comprendían acrilamida (AAm) y cloruro de acriloxietil-dimetilbencilamonio (ADAM BQ), en presencia de uno de los copolímeros de DADMAC preparados en los Ejemplos 1-3.

Se prepararon tres mezclas cada una de las cuales contenía 7,1 g de AAm cristalino, 2,96 g (80 % en peso) de ADAM BQ, 3,0 g de copolímero de DADMAC preparado en los Ejemplos 1, 2 o 3, 10 g poliDADMAC (40 % en peso) y 0,15 g de peróxido de hidrógeno o 0,2 g de persulfato sódico. Se añadió agua hasta 100 g y la reacción se dejó durante algunas horas a 60 °C mientras se agitaba

La Tabla 1 describe las dispersiones de acuerdo con los ejemplos. La viscosidad era baja para todas las dispersiones. Las dispersiones eran estables, es decir, no había sedimentación visible cuando se centrifugaron durante 30 minutos a 3.000 rpm.

Los ensayos de aplicación respecto a retención y deshidratación en procesos de fabricación de papel se realizaron mediante un analizador de drenaje dinámico (DDA), disponible en Akribi, Suecia. El material usado estaba basado en 70 % en peso de pasta blanqueada y 30 % en peso de arcilla. El volumen de reserva era 800 ml, la concentración de pasta 4 g/l y la conductividad 1,5 mS/cm. La reserva se retiró a una velocidad de 1.500 rpm, mientras se añadía lo siguiente a la reserva: un captador de restos aniónicos (0,5 kg/t), dispersión de polímero (1,0 kg/t) y finalmente partículas inorgánicas aniónicas (0,5 kg/t). La temperatura era de 22,5 °C. Se usó un vacío de 0,35 bar para el análisis. Se midieron el tiempo de retención (s) y la turbidez (NTU).

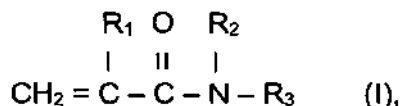
Tabla 1. Dispersiones de polímero y ensayos de aplicación

Ejemplo	copolímero DADMAC	Viscosidad	Ensayos de aplicación		
			Carga de polímero (kg/t)	Tiempo de retención (s)	Turbidez (NTU)
4	Ej. 1 (10 % DAPA)	1000-1500	1.0	30.8	82
5	Ej. 2 (3 % DAA)	1000-1500	1.0	31.5	77
6	Ej. 3 (10 % DAA)	1000-1500	1.0	29.4	75

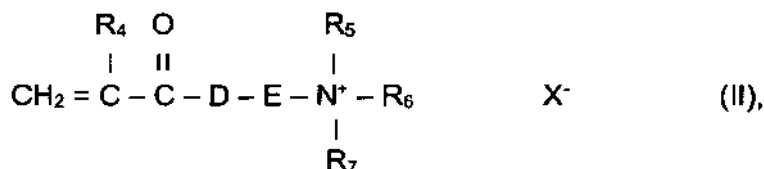
Se concluye que las dispersiones que usan dispersantes de acuerdo con la invención muestran buenos resultados respecto a retención y deshidratación.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para preparar una dispersión de polímero que comprende hacer reaccionar, en presencia de un estabilizador complementario catiónico polimérico (A), uno o más monómeros (m), que comprenden un monómero no iónico (m_1) y un monómero catiónico (m_2), y un polímero (B) de una mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero (x) que tiene un grupo amina o amida primarias, secundarias o terciarias y al menos una insaturación olefínica y, al menos, un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica, si se usa un monómero que tiene un grupo amida, el polímero se hidroliza para convertir la funcionalidad amida en una funcionalidad amina,
- en el que el monómero no iónico, (m_1), es un monómero de la fórmula general (I):



- en la que R_1 es hidrógeno o metilo, y R_2 y R_3 son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C_1 - C_2 , isopropilo, metilol, hidroxietilo o hidroxipropilo, o el monómero no iónico (m_1) es N-t-butilacrilamida o N-t-butilmetacrilamida, el monómero catiónico, (m_2), es un monómero de la fórmula general (II):

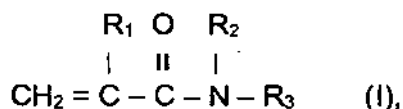


- en la que R_4 es hidrógeno o metilo, R_5 , R_6 y R_7 son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C_1 - C_8 o bencilo, D es oxígeno o NH, E es alquilo C_2 - C_4 o hidroxialquilo C_2 - C_4 , X^- es un contraión aniónico y el monómero (x) se selecciona de dialilamina y dialilpropanolamina; y el monómero catiónico (y) se selecciona de cloruro de dialildimetilamonio.

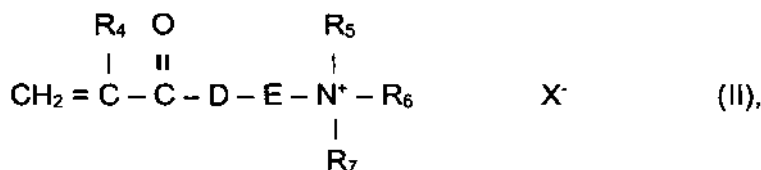
2. Dispersión de polímero que comprende:

- a) un polímero dispersado que comprende una o más unidades de monómero originadas de uno o más monómeros (m), que comprenden un monómero no iónico, (m_1), y un monómero catiónico, (m_2), y
- b) un estabilizador polimérico (C) que es un polímero resultante de la reacción de:
- i) un polímero (B) de una mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero (x) que tiene un grupo amina o amida primarias secundarias o terciarias y al menos una insaturación olefínica, y un monómero catiónico (y) que tiene al menos una insaturación olefínica, si se usa un monómero que tiene un grupo amida, el polímero se hidroliza para convertir la funcionalidad amida en una funcionalidad amina y,
- ii) uno o más monómeros (m) que comprenden un monómero no iónico, (m_1), y un monómero catiónico, (m_2), y;

- c) un estabilizador complementario catiónico polimérico (A), en el que el monómero no iónico, (m_1), es un monómero de la fórmula general (I):



- en la que R_1 es hidrógeno o metilo, y R_2 y R_3 son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C_1 - C_2 , isopropilo, metilol, hidroxietilo o hidroxipropilo, o el monómero no iónico (m_1) es N-t-butilacrilamida o N-t-butilmetacrilamida, el monómero catiónico, (m_2), es un monómero de la fórmula general (II):



- 5 en la que R₄ es hidrógeno o metilo, R₅, R₆ y R₇ son, independientemente entre sí, cualquiera de hidrógeno, alquilo C₁-C₈ o bencilo, D es oxígeno o NH, E es alquilo C₂-C₄ o hidroxialquilo C₂-C₄, X⁻ es un contraión aniónico, y el monómero (x) se selecciona de dialilamina y dialilpropanolamina; y el monómero catiónico (y) se selecciona de cloruro de dialildimetilamonio.
- 10 3. Una dispersión de polímero de acuerdo con la reivindicación 2, en la que el monómero no iónico (m₁) es acrilamida, metacrilamida, N-isopropilacrilamida, N-isopropilmetacrilamida, N-t-butilacrilamida, N-t-butilmetacrilamida, N-metilolacrilamida o N-metilolmetacrilamida.
- 15 4. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 y 3, en la que el monómero catiónico (m₂) es cloruro de acrililoxietiltrimetilamonio (ADAM), cloruro de acrililoxietilbencildimetilamonio (ADAMBQ) cloruro de metacrililoxietiltrimetilamonio (MADAM), cloruro de metacrililoxietilbencildimetilamonio (MADAMBQ), cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (TMAPAA), cloruro de acrilamidopropilbencildimetilamonio (BDMAPA), cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (TMAPMA) o cloruro de metacrilamidopropilbencildimetilamonio (BDMAPMA).
- 20 5. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-4, en la que la relación molar entre el monómero (m₁) y el monómero (m₂) es de 95:5 a 50:50.
6. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-5, en la que la relación molar entre el monómero (m₁) y el monómero (m₂) es de 92:8 a 85:15.
- 25 7. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-6, en la que la relación en peso de monómero de amina o amida (x) a monómero catiónico (y) es de 0,1:100 a 50:100.
8. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-7, en la que el estabilizador complementario polimérico es cloruro de poli-dialildimetilamonio.
- 30 9. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-8, en la que el estabilizador complementario polimérico tiene un peso molecular promedio en peso de 3.000 a 20.000 g/mol.
- 35 10. Una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-9, en la que está presente un estabilizador polimérico adicional.
11. Dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-10, en la que el peso molecular promedio en peso del polímero dispersado es de 1.000.000 a 15.000.000 g/mol.
- 40 12. Uso de una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-11 como adyuvante de retención en la fabricación de papel, adyuvante de deshidratación en la fabricación de papel, como agente espesante o como agente mejorador de suelos.
- 45 13. Un proceso para la producción de papel a partir de una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas y cargas opcionales, que comprende añadir a la suspensión una dispersión de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2-11 y formar y drenar la suspensión sobre un hilo.