



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 161 893**

51 Int. Cl.:

**D21H 23/76** (2006.01)

**D21H 17/44** (2006.01)

**D21H 17/42** (2006.01)

**D21H 17/68** (2006.01)

**D21H 21/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

86 Número de solicitud europea: **95921014 .7**

86 Fecha de presentación : **01.06.1995**

87 Número de publicación de la solicitud: **0711371**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **15.05.1996**

54 Título: **Fabricación de papel.**

30 Prioridad: **01.06.1994 GB 9410920**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **16.12.2001**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **01.03.2008**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **01.03.2008**

73 Titular/es: **Ciba Specialty Chemicals Water Treatments Limited**  
**P.O. Box 38, Low Moor**  
**Bradford, West Yorkshire BD12 0JZ, GB**

72 Inventor/es: **Cutts, Paul, Kenneth**

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 161 893 T5

# ES 2 161 893 T5

## DESCRIPCIÓN

Fabricación de papel.

5 Esta invención se refiere a la producción de papel, la cual puede efectuarse con una carga o sin carga, y puede ser de peso liviano o de peso pesado. El papel puede ser por ejemplo cartón.

10 Es una práctica estándar, el fabricar papel formando una suspensión celulósica de pasta espesa a partir de por lo menos una suspensión celulósica componente de la pasta espesa, diluyendo ésta para formar una pasta fina, pasando esta pasta fina por un tamiz de drenaje a través de varios tipos de aparatos tales como una bomba de abanico y/o un tamiz centrífugo, y drenando la pasta fina a través del tamiz de manera que se forme una hoja, que a continuación se seca. La pasta espesa se obtiene normalmente mezclando varias diferentes suspensiones componentes de la pasta espesa. La pasta fina y el papel resultante pueden ser del tipo sin carga, aunque generalmente lleva incluida una carga.

15 Es una práctica estándar la adición de varios materiales poliméricos y otros aditivos durante el proceso. Por ejemplo, es conocido el añadir a la pasta espesa materiales poliméricos descritos en general como dispersantes del "pitch", fijadores del "pitch" o auxiliares de la fluidez. El término "pitch" se emplea como un término genérico para referirse a una variedad de materiales pegajosos que pueden encontrarse de forma natural en el papel formando fibras, o bien pueden incorporarse como resultado, por ejemplo, del reciclaje de papel de desperdicios que contiene un aglomerante polimérico.

20 Los dispersantes del "pitch" son compuestos aniónicos de bajo peso molecular que mantiene el "pitch" en dispersión. En vista de la tendencia creciente de reciclar las aguas blancas de drenaje, esto puede conducir a una inaceptable acumulación del "pitch" dispersado en las aguas blancas de fabricación. Por lo tanto, es más corriente incluir fijadores del "pitch" o auxiliares de la fluidez. Los fijadores del "pitch" se pretende que mientras el "pitch" está todavía en un estado disperso muy fino, hagan que el "pitch" se deposite sobre las fibras del papel impidiendo que se acumulen en la suspensión y la deposición no uniforme e indeseable del mismo, en forma de grandes grumos sobre el papel o en la maquinaria de fabricación del papel. Dado que los componentes del "pitch" se consideran en general como aniónicos y dado que las fibras que componen el papel son en general aniónicas, la práctica convencional ha sido la de emplear, como fijadores del "pitch", un material polimérico que tenga una carga catiónica lo más alta posible.

25 En la práctica, los polímeros adecuados que tienen una carga catiónica máxima (por ejemplo, los homopolímeros de monómeros catiónicos) tienen todos normalmente un peso molecular bajo, y típicamente tienen un peso molecular tal que la viscosidad intrínseca es inferior a 2 y a menudo inferior a 1 dl/g. En consecuencia, los fijadores del "pitch" que se emplean convencionalmente son polímeros de un peso molecular bajo y de una carga catiónica alta. Ejemplos son la polietilén imina y el poliDADMAC (homopolímero de cloruro de dialil dimetil amonio). El empleo de estos polímeros de bajo peso molecular es razonablemente conveniente dado que los mismos pueden ser suministrados en forma de soluciones fáciles de almacenar y emplear. En consecuencia el empleo de tales polímeros no necesita la instalación de aparatos de disolución por partida, tales como por ej., los que se requieren cuando se emplean más tarde polímeros floculantes de alto peso molecular como auxiliares de retención en el sistema.

30 Es también conocida la adición de otros varios materiales para estimular la fijación del "pitch". Por ejemplo, la bentonita se añade algunas veces a la pasta espesa para esta finalidad. El empleo de un polímero de alto peso molecular en combinación con la bentonita está descrito en la patente WO-A-93/13265, y, para los polímeros de bajo peso molecular de un peso molecular particular, en la patente ER-A-586755.

35 Ha habido varias recientes propuestas para mejorar la fijación del "pitch" u otras propiedades mediante la adición de polímeros catiónicos de DADMAC, en diferentes puntos. Algunas de estas descripciones mencionan la adición de polímeros a la pasta espesa en donde los polímeros pueden estar comprendidos dentro de un amplio margen de pesos moleculares y densidades de cargas catiónicas, con lo que abarcan los polímeros de alto peso molecular. En la práctica, sin embargo, las descripciones que se refieren al fijado del "pitch" tienden a ir acompañadas de ejemplos en los que se emplean solamente polímeros que tienen una alta densidad de carga, por ejemplo superior a 3 meq/g, y un bajo peso molecular, por ejemplo, una viscosidad intrínseca por debajo de 4 dl/g.

40 Ejemplos de referencias importantes son las patentes CA-A-2.102742 y U.S.-A-5.098.520, 5.185.062, 5.256.252, 5.266.164 y 5.292.404.

45 Aunque los materiales poliméricos altamente catiónicos, de bajo peso molecular, pueden servir como auxiliares de la fluidez y fijadores del "pitch", en general se prefiere usarlos solamente cuando los problemas de "pitch" o de fluidez son graves. Esto se debe a que la naturaleza catiónica de los polímeros puede tener un efecto adverso sobre el brillo del papel, y también al coste del material que se emplea. Creemos que parte de este coste se desperdicia en el sentido de que una parte importante del fijador de "pitch" polimérico catiónico, no se utiliza para fijar el "pitch" a las fibras del papel, sino que es absorbido dentro de las fibras de papel en donde tiene un efecto pequeño o produce un efecto sin utilidad alguna, y puede provocar el deterioro del brillo.

50 Sería por lo tanto deseable el poder minimizar los problemas del "pitch" y de la fluidez de una manera lo más económica posible y perjudicando el brillo lo menos posible.

## ES 2 161 893 T5

Algunos procesos de fabricación de papel se realizan con adición de un coagulante inorgánico catiónico (alumbre) a la pasta de papel, pero muchos otros transcurren en ausencia de alumbre. Un sistema de retención que comprende un auxiliar polimérico de retención, se añade durante la mayor parte de procesos de fabricación de papel. El auxiliar polimérico de retención causa la floculación de las fibras celulósicas y un razonamiento convencional dicta que la cantidad de esfuerzo de cizallamiento aplicado a los flóculos debe minimizarse si tiene que obtenerse un rendimiento óptimo de retención. En la práctica, el auxiliar polimérico de retención y otros componentes del sistema de retención se añaden normalmente a la pasta fina y sirve para estimular la retención en la hoja húmeda, de las fibras finas y de cualquier carga. Esto reduce la cantidad de material celulósico y de carga que drena a través del tamiz. El sistema de retención consistía tradicionalmente en un único punto de adición del polímero de alto peso molecular, inmediatamente antes del tamiz de drenaje, pero se conocen también varios sistemas de retención en muchos puntos, en los cuales se añaden diferentes materiales a la pasta fina en diferentes puntos.

En la patente EP-A-235893 describimos un sistema de retención en el cual se añade un polímero sintético catiónico de un peso molecular por encima de 500.000 (y generalmente una IV (“viscosidad intrínseca”) por encima de 4 dl/g para obtener la floculación de la suspensión, la suspensión floculada se somete al cizallamiento para reducir los flóculos a micro flóculos y a continuación, se añade la bentonita. En la especificación se describe que el polímero se añade generalmente a la pasta fina o con el agua de dilución empleada para convertir la pasta espesa en pasta fina. Se describe también que la pasta puede ya contener un agente para dar resistencia, a menudo un apresto catiónico.

El proceso de la patente EP-A-235893 ha sido ampliamente comercializado como el proceso Hydrocol (Hydrocol es una marca registrada de Allied Colloids Limited), y está reconocido por comunicar una combinación extremadamente beneficiosa, velocidad de drenaje, velocidad de secado y calidad del producto.

En la patente EP-A-335575, describimos unos procesos similares, pero en los mismos se añade un polímero catiónico de bajo peso molecular, antes de añadir el polímero de alto peso molecular. Se indica que, entre otros problemas, esto reduce los problemas del “pitch”.

Otros procesos de fabricación que utilizan un polímero de bajo peso molecular, seguido de un polímero de alto peso molecular, seguido de un cizallamiento, seguido de un material aniónico de micropartículas (coloidal), son ya conocidos y están descritos p. ej., en la patente U.S.-A-5.126.014.

La pasta espesa usada en la fabricación de papel está generalmente formada por varias pulpas de papel. Cada pulpa está generalmente libre de material polimérico. Sin embargo, hemos descrito en la patente EO-A-0335576 y en EP-A-335575, procesos en los cuales el drenaje de la pulpa aumenta si se incluye un auxiliar de drenaje polimérico de alto peso molecular en la suspensión que se drena para formar la pulpa. Sin embargo, esta adición de polímero no contribuirá en nada a resolver la fluidez o los problemas de retención de una suspensión hecha a partir de esta pulpa. Por ejemplo los flóculos formados en la pulpa se degradarán mediante la resuspensión de la pulpa de la pasta espesa y el floculante polimérico de la pulpa permanecerán principalmente absorbidos sobre las fibras y así no estarán disponibles para contribuir a solucionar los problemas de fluidez debidos a la acumulación del “pitch” y pegajosidades derivadas del papel averiado que es reciclado, u otros aditivos químicos, los cuales se acumulan en el agua reciclada, particularmente en los sistemas cerrados de fabricación.

Es siempre difícil seleccionar un sistema de retención para obtener la mezcla óptima de retención, velocidad de drenaje, velocidad de secado, y calidad de producto y en la práctica cada proceso requiere una selección de compromiso entre los requerimientos conflictivos de cada una de estas propiedades. Por ejemplo, aunque mediante el proceso Hydrocol es generalmente posible seleccionar materiales y condiciones de trabajo del proceso para obtener un buen equilibrio de propiedades, en algunas fábricas y con algunas pastas puede ser más bien difícil mantener una buena calidad del producto (“formación”) cuando se obtiene la retención óptima, velocidad óptima de drenaje y velocidad óptima de secado. La formación es una indicación de la distribución de las fibras dentro de la hoja. Si las fibras están presentes como flóculos o aglomerados, la hoja tendrá más bien una porosidad alta (debido a una desigual densidad dentro de la hoja), y entonces se dice que tiene una formación pobre. Cuando las fibras están muy uniformemente distribuidas dentro de la hoja, se dice entonces que la hoja tiene una buena formación.

Otros procesos de fabricación de papel tienden a comunicar una buena formación, pero a expensas de inferiores propiedades de prestaciones tales como la retención y velocidad de secado o velocidad de drenaje.

El logro y el mantenimiento de un equilibrio óptimo de propiedades va siendo cada vez más difícil como resultado de la tendencia hasta el empleo de cantidades crecientes de papel reciclado, opcionalmente después del destintado y la tendencia hacia el cierre del circuito del agua de fábrica, de forma que las aguas blancas de fabricación se reciclan durante períodos prolongados en la fábrica y de esta forma es responsable de la acumulación de un alto contenido de electrolitos u otras impurezas. Estas tendencias dan también como resultado un aumento de los problemas con el “pitch”.

Sería deseable proporcionar un nuevo sistema de retención que permitiera fácilmente un mejor o diferente combinación de retención, drenaje, secado y propiedades de formación de la que se obtiene fácilmente en el proceso Hydrocol, y en particular sería deseable proporcionar tal sistema de retención que permitiera el fácil logro de una mejor formación a la vez que mantuviera similares propiedades de retención y/o drenaje y/o secado, o que permitiera

## ES 2 161 893 T5

el mantenimiento de una formación satisfactoria a la vez que daba mejores propiedades de retención y/o drenaje y/o secado.

5 En consecuencia, la invención consiste en un procedimiento en el cual se fabrica el papel mediante un proceso que comprende la formación de una suspensión de pasta celulósica espesa con un contenido en sólidos de por lo menos el 2,5% en peso a partir de una suspensión celulósica componente de la pasta espesa con un contenido en sólidos de por lo menos el 2,5% en peso,

10 floculación de la pasta espesa añadiendo a la pasta espesa o por lo menos a una suspensión componente de la pasta espesa, un primer material sintético polimérico, soluble en agua, con una densidad teórica de carga catiónica, no mayor de aproximadamente 3 meq/g y una viscosidad intrínseca de por lo menos 4 dl/g, de preferencia en una cantidad que reduce significativamente la turbidez del filtrado de la pasta espesa floculada,

15 dilución de la pasta espesa floculada para formar una pasta fina con un contenido en sólidos de no más del 2% en peso,

20 adición a la pasta fina antes del drenaje, de un coagulante seleccionado de coagulantes inorgánicos catiónicos y/o unos segundos polímeros que tienen una viscosidad intrínseca por debajo de 3 dl/g y una densidad de carga catiónica teórica por encima de 4 meq/g,

drenaje de la pasta fina a través de un tamiz para formar una hoja  
y secado de la hoja.

25 El proceso incluye generalmente la adición a la pasta fina antes del drenaje, de un sistema que estimula la retención, y este sistema estimulador de la retención, se selecciona habitualmente a partir de (a) adición de un auxiliar polimérico de retención seleccionado a partir de polímeros sintéticos que tienen una viscosidad intrínseca por encima de 4 dl/g y un almidón catiónico, (b) adición de un material coloidal aniónico (por regla general inmediatamente antes del drenaje), (c) adición de un auxiliar polimérico de retención seleccionado a partir de un polímero sintético que tiene  
30 una viscosidad intrínseca por encima de 4 dl/g y un almidón catiónico, seguido de un material coloidal aniónico (generalmente inmediatamente antes del drenaje), (d) un coagulante seleccionado de un coagulante inorgánico y un material polimérico soluble en agua que tiene una IV menor de 3 dl/g y (e) un coagulante seleccionado a partir de un coagulante inorgánico y un material polimérico soluble en agua con una viscosidad intrínseca inferior a 3 dl/g, seguido  
35 de un material coloidal aniónico. Los procesos preferidos son (d) y (e), especialmente (e), dado que estos procesos combinan los beneficios de una buena retención, buena formación y un mínimo de problemas con el "pitch".

En esta especificación, la viscosidad intrínseca se mide a 25°C en cloruro de sodio 1M tamponado a pH 7, empleando un viscosímetro de nivel suspendido.

40 En esta especificación, la densidad teórica de carga catiónica es la densidad de carga obtenida por cálculo a partir de la composición monomérica que se emplea para la formación del polímero. En esta especificación, las dosificaciones de polímeros u otros materiales que se expresan como un tanto por ciento, se expresan como el tanto por ciento de polímero seco basado sobre el peso seco de la suspensión que está siendo tratada, y así p. ej., una dosificación del 0,01% representa 100 gramos de polímero seco por 1 tonelada de peso seco de la suspensión.

45 En esta especificación, la turbidez del filtrado es la turbidez del filtrado obtenido por la filtración de la suspensión floculada a través de un papel de filtro rápido, seguido de la medición de la turbidez ópticamente en una cubeta limpia en un turbidímetro que opera según el principio del doble haz de luz difusa (tal como el turbidímetro del Dr. Lange) y el cual expresa el resultado en NTU.

50 Al decir que el floculante se añade en una cantidad que reduce significativamente la turbidez del filtrado, queremos decir que la turbidez del filtrado a partir de la suspensión a la cual se ha añadido el floculante, es menos significativa que la turbidez del filtrado obtenido a partir de la misma suspensión pero a la cual no se ha añadido el floculante. Por ejemplo, la turbidez del filtrado de la suspensión floculada es generalmente inferior al 50%, de preferencia por debajo  
55 del 30% y con mayor preferencia por debajo del 20%, de la turbidez del filtrado de la suspensión antes de la adición del floculante.

Otra manera para señalar que la turbidez del filtrado ha sido significativamente reducida es por referencia a la cantidad del floculante necesaria para dar una turbidez óptima del filtrado (es decir, la turbidez más pequeña). Cuando se mide la turbidez del filtrado para cantidades crecientes de polímero floculante, se encuentra que la turbidez disminuye hasta un mínimo y a continuación aumentando la cantidad de polímero se obtiene un aumento de la turbidez. Es por lo tanto fácilmente posible determinar la cantidad de polímero floculante que da una turbidez óptima (mínima) en cualquier suspensión en particular. Los mejores resultados de la invención se obtienen generalmente cuando la cantidad de polímero floculante que se añade es la óptima o está cerca de la óptima. Sin embargo, esto no es siempre determinante.  
65 Así, pueden obtenerse buenos resultados en la invención, cuando la cantidad de polímero floculante es por lo menos del 25%, de preferencia por los menos del 50% y con mayor preferencia, por lo menos del 75% de la cantidad óptima, es decir, la cantidad que da una turbidez óptima (mínima) del filtrado, se prefiere generalmente que la cantidad de polímero no sea demasiado superior a la óptima, dado que el aumento de la turbidez tiende a indicar un menor ren-

## ES 2 161 893 T5

dimiento y un desperdicio del polímero. Sin embargo se ha encontrado algunas veces que la turbidez que se obtiene a la dosis óptima es tan baja que pueden emplearse variaciones significativas de la dosis sin perjudicar seriamente el control del “pitch”, y el empleo de un exceso de polímero puede ser de utilidad en los siguientes tramos de retención, del proceso. En consecuencia es satisfactoriamente normal que la cantidad de polímero sea hasta el 200% del óptimo y a menudo hasta el 300% o incluso del 500% de la cantidad necesaria para una turbidez óptima del filtrado.

En la práctica, la cantidad del polímero añadido en este tramo de la pasta espesa es por lo menos del 0,005% y generalmente por lo menos del 0,01%. Habitualmente es del orden del 0,03 al 0,15 ó 0,2%. Sin embargo, pueden emplearse cantidades mayores, hasta el 0,5% ó incluso el 1% o más.

Aunque la turbidez del filtrado puede ser debida en parte a componentes que no están asociados con los problemas de deposición del “pitch”, creemos que como norma primaria, una baja turbidez del filtrado está normalmente asociada a una baja tendencia a problemas en la deposición del “pitch”. En consecuencia, cuando la minimización de la deposición del “pitch” es el objetivo más importante de la adición del polímero a la pasta espesa, la dosificación del polímero se seleccionará normalmente de manera que la turbidez del filtrado sea tan baja como sea posible.

Como se ha indicado más arriba, la técnica anterior preconiza que los polímeros catiónicos empleados como fijadores del “pitch” deben tener una carga catiónica alta y un peso molecular bajo, y es muy sorprendente que en la invención puedan lograrse buenos resultados empleando un polímero de peso molecular alto y poco catiónico. La invención tiene la particular ventaja de que el empleo de tales polímeros tiende a dar como resultado un menor perjuicio del brillo de la hoja que el que se obtiene cuando se emplean para este propósito los tradicionales polímeros de alta carga catiónica y bajo peso molecular. Parece como si siempre que el polímero tenga un alto peso molecular (IV por encima de 4 dl/g), se logra una sustentividad satisfactoria al “pitch” y a las fibras incluso cuando la carga catiónica sea baja. Dado que la carga catiónica es baja existe un menor perjuicio óptimo para la hoja de fibra. Dado que el peso molecular es bajo, existe un menor riesgo de que se desperdicie el polímero debido a la absorción del mismo por las fibras. De acuerdo con la invención, puede resultar una menor turbidez del filtrado con una dosificación equivalente de polímero y una menor turbidez óptima del filtrado (combinado con una menor pérdida del brillo) con una dosificación equivalente de polímero, y menos pérdida de brillo a la turbidez óptima del filtrado, comparado con un polímero convencional altamente catiónico y de bajo peso molecular.

El polímero floculante puede emplearse como único fijador del “pitch” o auxiliar de la fluidez en el proceso, pero puede emplearse en combinación con otros materiales que están incluidos deliberadamente para este propósito o que pueden ser incluidos para otro propósito pero que pueden tener un efecto beneficioso sobre la fijación del “pitch”. Por ejemplo, puede añadirse un apresto catiónico u otra resina de resistencia en seco. Puede añadirse bentonita u otro material coloidal aniónico, antes o después de la adición del floculante. Dado que la bentonita u otro material coloidal aniónico puede tener una tendencia a interaccionar con el floculante polimérico para producir flóculos muy grandes, es generalmente conveniente que esta pasta se someta a una suficiente agitación para prevenir la formación de dichos flóculos o degradarlos si ya están formados.

El polímero floculante que se utiliza en la pasta espesa puede ser substancialmente no iónico o aniónico (especialmente cuando la pasta espesa tiene un alto contenido de electrolitos), pero generalmente es catiónico. La densidad de carga catiónica teórica, no debe ser más de alrededor 3 meq/g puesto que de otra forma las ventajas de emplear un polímero catiónico relativamente bajo (coste del monómero catiónico y minimización de la pérdida de brillo), disminuirán, y generalmente es por debajo de 2 meq/g. habitualmente es como mínimo 0,1 y más habitualmente como mínimo 0,5 meq/g. polímeros adecuados se describen con más detalle bajo la descripción de “primeros polímeros”.

La floculación de la pasta espesa tiene los efectos beneficiosos ya descritos sobre la fijación del “pitch”, pero puede también ser beneficioso para los subsiguientes tratamientos de retención, aunque el paso de la pasta espesa floculada a través del tamiz dará inevitablemente como resultado la degradación de los flóculos, posiblemente con alguna resuspensión de las fibras, para formar flóculos más pequeños que pueden llamarse microflóculos. Si no se aplica un subsiguiente tratamiento de retención, esta degradación puede ser tal que las propiedades de retención son más bien pobres, por lo cual se aplica de preferencia un sistema de retención a la pasta fina formada por dilución de la pasta espesa. Puede emplearse cualquier sistema de retención convencional.

En un procedimiento, se logra una mejora de la retención mediante el empleo de un auxiliar de retención polimérico de un solo componente en uno de los últimos tramos del proceso, con pasta fina, por ejemplo justo antes del drenaje, p. ej., después del último punto de alto cizallamiento. Por ejemplo, el auxiliar de retención polimérico puede añadirse justo antes o en la propia caja de cabeza. Este auxiliar de retención polimérico es habitualmente un polímero sintético el cual tiene generalmente una IV por lo menos de 4 dl/g. Puede ser aniónico, no aniónico o catiónico. La experimentación de rutina establecerá que tipo de polímero proporcionará los mejores resultados sobre una pasta fina particular. Por ejemplo, si la pasta fina tiene un contenido catiónico relativamente alto, entonces puede ser apropiado el empleo de un auxiliar de retención polimérico no iónico o aniónico, pero de otra manera, se prefiere generalmente un auxiliar de retención catiónico. Aunque se prefiere un polímero sintético de alta IV, puede emplearse un apresto catiónico en lugar de alguno o de todos los polímeros sintéticos.

En lugar de emplear un polímero solo, puede emplearse en combinación con otros materiales. Por ejemplo, la bentonita u otro material aniónico en particular, puede añadirse a la pasta fina o a la pasta espesa, generalmente después de la floculación de la misma, y el auxiliar de la retención polimérica puede añadirse a continuación. De

## ES 2 161 893 T5

nuevo el auxiliar de retención puede ser aniónico, no iónico o catiónico. Dicho proceso empleando substancialmente un auxiliar de retención no iónico está descrito en EP-A-017353. Es una variación de este procedimiento, como se describe en AU-A-63977/86, un polielectrolito altamente catiónico, generalmente de un peso molecular relativamente bajo, puede añadirse después de la bentonita y antes de añadir el auxiliar de retención polimérico final.

5 En otra variación de este procedimiento, como se describe en la Solicitud Europea 94300260.0 sin publicar, por lo menos un componente de la pasta espesa contiene una carga y la carga se coagula con las fibras en la suspensión del componente añadiendo un agente de coagulación catiónico a la suspensión conteniendo la carga y la fibra, seguido de la adición del material aniónico en partículas tal como la bentonita y a continuación el auxiliar de retención poli-  
10 mérico. En todos estos procesos, el auxiliar de retención final tiene generalmente una IV por lo menos de 6 dl/g y es generalmente un polímero soluble en agua formado por la polimerización de la acrilamida u otro monómero etilénicamente no saturado soluble en agua, opcionalmente con un monómero catiónico etilénicamente no saturado, y/o un monómero aniónico.

15 En lugar de añadir un auxiliar de retención polimérico como sistema de retención, es posible algunas veces obtener buenos resultados simplemente por adición de un material coloidal aniónico, por ejemplo después del último punto de alto cizallamiento al cual la pasta fina está sometida, típicamente en la caja de cabeza o próximo a ella. Esto puede dar buenos resultados, especialmente cuando el polímero que ha sido añadido a la pasta espesa es un polímero catiónico presente en suficiente exceso para que las partículas suspendidas que se aproximan al tramo del drenaje tienen una  
20 carga catiónica suficiente para interactuar con, y ser floculadas por, el material coloidal aniónico. A continuación se describen con más detalle, materiales coloidales aniónicos adecuados.

Aunque la invención tiene la ventaja de que permite la reducción de los problemas con el "pitch", debe comprenderse que los aspectos preferidos de la invención están reivindicados en una buena formación y una buena retención, con independencia de los problemas del "pitch", y son en particular, los procesos (d) o de preferencia (e), citados  
25 más arriba. Así, en dichos procesos la pasta espesa puede ser un material que no requiere la adición de un fijador del "pitch". Por ejemplo, la pasta espesa puede haber sido obtenida a partir de componentes de pasta limpios con una baja tendencia a depositar "pitch", o bien pueden estar incluidos en la pasta espesa, otros componentes que actuarán como fijadores del "pitch". Por ejemplo puede incluirse un apresto catiónico o fijadores poliméricos del "pitch" de un bajo  
30 peso molecular convencional, altamente catiónico, en una pasta espesa sucia o componente de la pasta espesa, sucio, de forma que la pasta espesa no tienen problemas significativos de deposición de "pitch".

Quando los problemas del "pitch" no dominan las consideraciones para la cantidad de polímero que hay que añadir a la pasta espesa, la cantidad puede seleccionarse teniendo en cuenta primordialmente los requisitos de tramos más  
35 largos del proceso más que teniendo en cuenta la turbidez del filtrado de la pasta espesa floculada. Por ejemplo, si el sistema de retención que está usándose trabaja mejor que cuando la pasta espesa ha sido tratada con un exceso de material polimérico catiónico de alto peso molecular, entonces la cantidad de este material puede ser significativamente mayor que la cantidad necesaria para una turbidez mínima del filtrado y la turbidez del filtrado de la suspensión floculada puede ser casi tanto como la turbidez del filtrado de la suspensión en ausencia del polímero. Generalmente,  
40 sin embargo, la cantidad de polímero estará dentro de los márgenes descritos más arriba en el contexto de la turbidez del filtrado.

En el procedimiento de la inversión, el papel final puede ser con carga o sin carga. Si es con carga, la cantidad de carga puede ser por ejemplo, del 2 al 60%, a menudo del 10 al 60% en peso del contenido en sólidos de la hoja. Puede emplearse cualquier carga convencional. Algunas cargas pueden introducirse mediante el empleo de papel reciclado. Algunas cargas puede añadirse a la pasta espesa. El contenido en sólidos de la pasta espesa no es generalmente superior  
45 al 7% y habitualmente oscila del 2,5 al 5% en peso.

La fuente del componente celulósico de la suspensión puede ser papel reciclado o cualquier pulpa conveniente,  
50 por ejemplo, pulpa mecánica, termomecánica o química. La pulpa puede ser relativamente pura o puede ser una pulpa relativamente cruda. Puede ser generada mediante una redispersión de una pulpa seca o, en un molino integrado, puede ser generada por un previo tramo de pulpeado en el molino. La pulpa, o la pulpa seca, puede estar hecha empleando un agente de desaguado pero normalmente está libre de material polimérico cuando se introduce como componente de la pasta espesa o en la pasta espesa.  
55

La pasta espesa puede suministrarse a partir de una suspensión de un solo componente, pero normalmente está hecha mediante la mezcla de dos o más suspensiones de componentes de la pasta espesa.

En la invención, el primer material polimérico se añade a la pasta espesa, o a uno o más componentes de la  
60 pasta espesa, en una cantidad suficiente para flocular substancialmente toda la pasta espesa, por ejemplo, como se ha indicado por referencia a la turbidez del filtrado (todo como se ha descrito más arriba). El primer polímero puede añadirse a cada componente de la pasta espesa, pero frecuentemente el primer polímero se añade a la pasta espesa total, por ejemplo, en el recipiente de mezcla de la pasta espesa o el recipiente de acumulación. Alternativamente puede añadirse en el molino de pasta.  
65

La suspensión se someterá inevitablemente a una mezclado y cizallamiento extensivo antes de ser drenada (como pasta final) y por lo tanto no es esencial que la distribución total y uniforme del polímero deba lograrse inmediatamente después de la adición a la pasta espesa o componente de la pasta espesa. En consecuencia, en la invención puede

## ES 2 161 893 T5

añadirse el polímero, como una emulsión de fase invertida que será activada para proporcionar una solución del polímero, en la pasta espesa, pero de preferencia el polímero se añade a la pasta espesa o componente de la pasta espesa como una solución preformada. Esta puede haber sido generada de una forma convencional por disolución de un polvo o una forma de emulsión de fase invertida, del primer polímero.

5

El primer polímero tiene una viscosidad intrínseca (viscosímetro de nivel suspendido en tampón de cloruro de sodio 1N a 25°C), de por lo menos 4 dl/g y a menudo como mínimo de 6 a 25 dl/g ó mayor, a menudo de 8 a 15 dl/g.

10 Procedimientos de utilidad, de la invención, emplean como primer polímero, copolímeros de monómero solubles en agua, etilénicamente sin saturar, o mezclas de monómeros. Los monómeros son generalmente monómeros acrílicos. Los monómeros pueden incluir monómeros catiónicos en una cantidad tal que la densidad de carga teórica (como se ha definido más arriba) no sea mayor de 3 meq/g, y a menudo no mayor de aproximadamente 2 meq/g. Generalmente es por lo menos aproximadamente 0,1, o más, normalmente aproximadamente 0,5 meq/g.

15 Monómeros catiónicos adecuados son los dialquil amino alquil-(met)acrilatos o -(met)acrilamidas, generalmente como sales ácidas, o de preferencia, sales de amonio cuaternario. Los grupos alquilo pueden contener cada uno de 1 a 4 átomos de carbono y el grupo aminoalquilo puede contener de 1 a 8 átomos de carbono. Particularmente, se prefieren los dialquilaminoetil(met)acrilatos, dialquilaminometil(met) acrilamidas y dialquilamino-1,3-propil(met)acrilamidas.

20 El primer polímero es generalmente un copolímero de un monómero catiónico con otros monómeros, en el cual la cantidad de monómero catiónico es normalmente como mínimo 2, y más habitualmente como mínimo 3 moles por ciento. La cantidad de monómero catiónico en algunos casos puede ser de hasta 25 moles por ciento pero generalmente no es mayor de 20 moles por ciento y con frecuencia no es mayor de 10 moles por ciento. Monómeros cuaternizados dialilo dialquilo, especialmente cloruro de dialil dimetil amonio (DADMAC) pueden emplearse a condición de que las proporciones y condiciones de polimerización sean tales, que el polímero final tenga la IV deseada alta y una densidad de carga relativamente baja.

25 El monómero catiónico se copolimeriza con un monómero no iónico, etilénicamente sin saturar, soluble en agua, de preferencia, acrilamida. Generalmente, el polímero es un copolímero solamente de monómeros catiónicos y no iónicos, pero si se desea, puede incluirse una pequeña cantidad de monómero aniónico en el copolímero con la condición de que el polímero final se comporte primordialmente como un monómero catiónico.

30 En algunos casos, las características de la pasta espesa (y en particular su contenido en electrolitos) es tal, que puede lograrse una floculación satisfactoria empleando un floculante polimérico substancialmente no iónico (por ejemplo conteniendo muy pocas cantidades de un monómero catiónico, o más habitualmente, consistiendo únicamente de monómero no iónico, y monómeros como impurezas tales como un 1 a 3 moles por ciento de acrilato de sodio) o un floculante polimérico aniónico. Floculantes poliméricos aniónicos adecuados son los copolímeros de acrilamida u otros monómeros no iónicos solubles en agua con hasta 10 ó 20 moles por ciento de monómeros aniónicos.

35 Un monómero aniónico presente en el primer polímero es usualmente el ácido acrílico (habitualmente como acrilato de sodio), pero puede ser también cualquier monómero carboxílico o sulfónico etilénicamente no saturado conveniente. La selección del tipo óptimo del primer polímero puede hacerse monitorizando el rendimiento de la floculación de una serie de polímeros con un diferente contenido iónico, por ejemplo polímeros aniónicos bajos, no iónicos y catiónicos bajos y medios, para determinar que tipo de polímero da el mejor rendimiento de floculación en la pasta espesa, bien teniendo en cuenta la turbidez del filtrado o teniendo en cuenta los subsiguientes requisitos de la adición del coagulante y de material coloidal. Con la mayoría de las pastas espesas, los mejores resultados se logran cuando el primer polímero es un polímero catiónico bajo a medio.

40 El polímero debe ser lo suficientemente soluble en agua con el fin de que no cause imperfecciones en la hoja de papel, pero puede estar ligeramente reticulado de forma que sea una mezcla de partículas de polímero hinchables en agua por debajo de 10  $\mu\text{m}$  y un polímero soluble en agua, por ejemplo como se describe en EP-A-202780.

45 Los tramos de dilución convencional y otros tramos del proceso que conducen al tamiz de tela metálica de la máquina, someten necesariamente la suspensión a una turbulencia y cizallamiento, lo cual da inevitablemente como resultado una degradación de los flóculos iniciales y posiblemente alguna resuspensión de las fibras. La dilución, por ejemplo con agua blanca del tamiz de tela metálica, da generalmente una pasta fina que tiene un contenido en sólidos del 0,3 al 2%.

50 En el procedimiento de la invención, los microflóculos resultantes y/o el material resuspendido, se tratan mediante la adición de uno o más coagulantes para preparar la suspensión para el subsiguiente drenaje, y generalmente para la supercoagulación mediante una subsiguiente adición de material coloidal aniónico seguido por un drenaje.

55 En esta especificación, utilizamos el término "coagulante", en el sentido de indicar cualquier material que tiene el efecto de causar que las fibras y las partículas de carga (si están presentes) de la pasta fina se agreguen juntamente para formar pequeños y densos microflóculos antes del drenaje o supercoagulación, o en algunos casos, simplemente para que sean más susceptibles a una supercoagulación incluso si no hay ninguna agregación previamente a la adición del material coloidal aniónico.

## ES 2 161 893 T5

El coagulante que se añade puede ser un material inorgánico catiónico y/o puede ser un segundo material orgánico polimérico. Si es un material polimérico, debe tener una viscosidad intrínseca baja, dado que no es deseable para el segundo material inducir una floculación puente significativa del tipo que se genera en el caso de polímeros de alto peso molecular. La floculación puente en este tramo puede desvirtuar las propiedades de formación de la hoja final.

5 La adición del segundo polímero puede parecer que causa alguna agregación, pero a causa de su bajo peso molecular, esta agregación no desvirtuará las propiedades de formación que se desean. La viscosidad intrínseca no es mayor de 3 dl/g y generalmente está por debajo de 2 dl/g e incluso por debajo de 1 dl/g. expresado como peso molecular medio por cromatografía de permeación sobre gel, el peso molecular del segundo polímero está usualmente por debajo de 500.000, de preferencia por debajo de 400.000. Lo más preferible es por debajo de 300.000. Generalmente está por encima de 50.000.

Los flóculos formados como resultado de la adición del primer polímero pueden tener una carga catiónica de superficie excesiva, debido al primer polímero. La degradación de estos flóculos que tiene lugar durante la dilución y fluyen de la pasta fina hacia el tamiz, dará como resultado la exposición de sitios aniónicos o no aniónicos sobre los microflóculos o sólidos resuspendidos. En el procedimiento de la invención es necesario que el segundo polímero sea catiónico con el fin de aumentar la carga catiónica sobre los microflóculos y sólidos suspendidos antes de la adición del material coloidal aniónico. El segundo polímero tiene una carga catiónica teórica superior a 4 meq/g y a menudo superior a 5 meq/g.

El segundo polímero está formado de preferencia por unidades que se repiten, de las cuales por lo menos un 70% y en general por lo menos un 90% son catiónicas. Los polímeros preferidos son homopolímeros del cloruro de dialil dimetil amonio, y copolímeros de éste con una pequeña cantidad (habitualmente inferior al 30% y de preferencia inferior al 10%) de acrilamida, homopolímeros de dialquilaminoalquil (met)-acrilamida o sal de -acrilato cuaternario, o sal de adición ácida y copolímeros de éstos con pequeñas cantidades (generalmente inferiores al 30% y de preferencia inferior al 10%) de acrilamida, iminas de polietileno, poliaminas, productos de condensación de epiclolorhidrin diamina, polímeros de dicianidamida, y otros polímeros coagulantes catiónicos convencionales de bajo peso molecular.

En lugar de emplear un polímero coagulante catiónico solo, para aumentar la carga catiónica de las partículas en suspensión, es posible añadir un coagulante inorgánico, y en algunos casos puede emplearse un coagulante inorgánico solo. Coagulantes inorgánicos catiónicos adecuados son por ejemplo los compuestos de metal polivalentes, como el alumbre, cloruro de aluminio, cloruro de polialuminio, sulfato férrico y cloruro férrico.

Si la pasta fina tiene una carga catiónica demasiado alta, por ejemplo debido al empleo de una cantidad excesiva de apresto catiónico o una cantidad excesiva del primer polímero catiónico, la coagulación puede llevarse a cabo neutralizando parte de la carga catiónica por adición de un material aniónico. Coagulantes aniónicos adecuados son por ejemplo coagulantes aniónicos inorgánicos tales como los polifosfatos, polifosfonatos y polisulfonatos, y coagulantes orgánicos tales como los de peso molecular bajo, solubles en agua, polímeros de monómeros etilénicamente no saturados, o una mezcla de monómeros etilénicamente no saturados, o una mezcla de monómeros que incluye monómeros aniónicos. Por ejemplo un polímero adecuado es un polímero de acrilato de sodio (u otro monómero aniónico soluble en agua) bien sea un homopolímero, o bien copolimerizado por ejemplo con 0 a 50 moles por ciento de acrilamida o anhídrido maleico. El peso molecular de la coagulantes aniónicos poliméricos es típicamente tal que la viscosidad intrínseca es inferior a 3 dl/g, generalmente inferior a 2 dl/g y más habitualmente inferior a 1 dl/g. Expresado como peso molecular medido por cromatografía de permeación sobre gel, el peso molecular es habitualmente inferior a 100.000 generalmente inferior a 50.000 y frecuentemente inferior a 15.000. A menudo está en el margen de 2 a 10.000. Debe tenerse en cuenta que muchos de los materiales propuestos para emplear en la invención como coagulantes aniónicos son materiales que en otros ambientes serían considerados normalmente como dispersantes aniónicos.

Cuando el coagulante inorgánico se emplee en lugar del segundo polímero, la cantidad de coagulante se seleccionará mediante una experimentación de rutina y generalmente estará en el margen de 0,01 a 1%. Cuando se emplee el segundo polímero, la cantidad del segundo polímero es habitualmente como mínimo del 0,01% y generalmente como mínimo del 0,03% de peso seco basado sobre el peso seco de la suspensión. Puede ser hasta del 0,2% o incluso más alto, por ejemplo, hasta el 0,5% pero es generalmente por debajo del 0,1%. De preferencia la cantidad es suficiente para dar una agregación de las fibras visibles a simple vista.

Aunque es posible someter los microflóculos a una agitación adicional y cizallamiento después de la aplicación del segundo polímero, es generalmente indeseable, y así generalmente el segundo polímero se añade tan tarde como sea conveniente antes del drenaje o, más habitualmente, antes de la adición del material coloidal aniónico.

Debido a que el segundo polímero es de bajo peso molecular, es posible incorporarlo en forma de perlas u otras partículas de polímero que se disuelven rápidamente, pero se prefiere generalmente añadir el segundo polímero en forma de una solución obtenida previamente.

El material coloidal aniónico puede ser cualquiera material aniónico que tenga un área de superficie aniónica muy alta y que no perjudique inaceptablemente las propiedades del papel final. Puede ser una emulsión polimérica orgánica aniónica, de preferencia con un tamaño medio de partículas por debajo de 2  $\mu\text{m}$  y de preferencia por debajo de 1  $\mu\text{m}$ , y con mayor preferencia por debajo de 0,1  $\mu\text{m}$ . Las partículas emulsionadas pueden ser insolubles debido a estar formadas de un copolímero de por ejemplo, un polímero aniónico soluble en agua, y uno o más monómeros insolubles,

## ES 2 161 893 T5

tal como el acrilato de etilo. De preferencia, sin embargo, la emulsión polimérica orgánica es una microemulsión reticulada de material monomérico soluble en agua.

5 Preferiblemente sin embargo, el material coloidal aniónico es un material inorgánico tal como la sílice coloidal, microgel de polisilicato, microgel de ácido polisilícico, versiones modificadas con aluminio de cualquiera de las anteriores, o de preferencia, una arcilla hinchable aniónica. Esta puede ser una cualquiera de los materiales llamados genéricamente bentonitas, hectoritas o esmectitas o incluso otros materiales inorgánicos aniónicos como las zeolitas. Los materiales preferidos son aquellos que se denominan genéricamente en la industria como bentonitas. La cantidad de bentonita u otro material añadido está típicamente en el margen de 0,03 a 2%, siendo la cantidad preferida por los 10 menos 0,1% y de preferencia por debajo de 1%.

Aunque nos referimos al material coloidal aniónico como el causante de la supercoagulación, esta estructura agregada abarca cualquier agregación de los microflóculos y fibras resuspendidas, en una forma que proporciona una buena retención y característica de desaguado acompañado por una buena formación de la hoja final.

15 La bentonita u otro material coloidal se añade generalmente después del último punto de un cizallamiento alto, por ejemplo, en la caja de cabeza, y la suspensión puede a continuación ser drenada de una manera convencional.

A continuación siguen ejemplos.

### 20 Ejemplo 1

Con el fin de demostrar la mejora de brillo que se logra con la incorporación en la pasta espesa de un polímero de alto peso molecular y poca carga catiónica, en lugar de un polímero de bajo peso molecular altamente catiónico, se realizó el siguiente ensayo de laboratorio.

25 250 cc. de pasta de papel formada por pulpa TMP, se tratan con varias cantidades de la solución de polímero de ensayo, y se registra la dosificación (tanto por ciento de polímero en seco basado sobre pasta en seco). Se agita la pasta de papel durante 30 segundos de 1.000 rpm y se filtra al vacío con ayuda de un papel de filtro Whatman 541, y se recoge el filtrado.

30 Las almohadillas se aplanan con ayuda de un cilindro Couch, se retiran los papeles de filtro y a continuación se seca durante 2 horas a 110°C. A continuación se determinan los resultados del brillo en una escala en la que los valores decrecientes significan un menor brillo. Se registra la turbidez del filtrado, sobre una escala en la que los valores decrecientes indican mejores resultados (menor turbidez).

En este ensayo, el polímero A es el poliDADMAC IV 0,4 dl/g.

40 El polímero B es el poliDADMAC IV 2,0 dl/g.

El polímero C es un copolímero de 90% de moles de acrilamida con acrilato de dimetilaminoetilo, de MeCl cuaternizado IV 8 dl/mg.

45 El polímero D es un copolímero de 65% moles de acrilamida y acrilato de dimetilaminoetilo de MeCl cuaternizado IV 7 dl/mg.

Los resultados están indicados en la tabla 1 a continuación.

50

(Tabla pasa a página siguiente)

55

60

65

ES 2 161 893 T5

TABLA 1

5	Producto empleado	Dosificación del producto (%)	Turbidez del filtrado (NTU)	Brillo de la almohadilla	Pérdida de brillo
	---	0	65,8	61,15	0
10	A	0,025	64,8	60,2	0,95
		0,05	55,0	60,45	0,7
		0,1	43,8	60,15	1,0
15		0,2	31,9	59,85	1,3
		0,4	20,3	58,7	2,45
20		0,8	16,1	60,2	0,95
	B	0,025	57,9	61,2	0,05
		0,05	40,2	60,4	0,75
25		0,1	24,6	59,8	1,35
		0,2	14,9	58,55	2,6
30		0,4	9,3	59,2	1,95
		0,8	21,0	59,4	1,75
		1,6	53,4	61,15	0
35	C	0,0125	44,7	61,3	0,15
		0,025	21,2	60,15	1,0
40		0,05	18,1	60,4	0,75
		0,1	6,1	60,95	0,2
		0,2	4,5	60,25	0,9
45		0,4	4,4	60,75	0,4
		0,8	9,7	60,55	0,6
50		0,16	24,6	60,35	0,8
	D	0,0125	48,8	60,25	0,9
		0,025	26,8	60,05	1,1
55		0,05	12,1	60,05	0,65
		0,1	5,0	60,05	1,1
		0,2	3,8	60,4	0,75
60		0,4	3,1	59,9	1,25
		0,8	10,9	59,85	1,3
65		1,6	26,7	60,7	0,45

## ES 2 161 893 T5

De estos resultados se deduce que los floculantes C y D son capaces de dar una menor turbidez en este ensayo, que los coagulantes, y que pueden dar una menor turbidez en cualquier particular dosificación. Puede verse que se obtienen resultados de utilidad empleando floculantes a dosificaciones en el margen de aproximadamente 0,025 a 1,6% pero que en la práctica el proceso trabaja mejor a dosificaciones en el margen de aproximadamente 0,1 a 0,9%, obteniéndose los mejores resultados con estos floculantes en dosificaciones de aproximadamente 0,2 a 0,5%. Puede verse también que los floculantes C y D pueden dar generalmente, menos pérdida de brillo que iguales dosificaciones de los coagulantes A y B y en particular, la pérdida de brillo en la dosificación del floculante que da una turbidez del filtrado cercana la óptima, puede ser menos que la pérdida de brillo que da una turbidez óptima del filtrado (aunque normalmente inferior), empleando los coagulantes A y B.

### Ejemplo 2

En este ejemplo, una pasta auténtica de papel de molino, para fabricar papel fino, papel para impresión y papel de calidad para escritura, con un 23% de carga, se sometió a diferentes ensayos de laboratorio de retenciones, drenajes, secajes y formaciones, después del tratamiento con varias combinaciones del coagulante A (como más arriba), floculante E (90 moles % de acrilamida con 10 moles % de acrilato de dimetilaminoetil cuaternizado con cloruro de metilo, viscosidad intrínseca 7 dl/g) y bentonita.

Cuando se añadió el polímero a esta pasta espesa, se cizallo subsiguientemente en cada caso, empleando un agitador con un gran ángulo de pala, de diámetro 6 cm, velocidad de cizallamiento 2.000 rpm. Cuando se añadió el polímero a la pasta fina, se cizalló subsiguientemente empleando un agitador de hélice de diámetro 5 cm, velocidad de cizallamiento 1500 rpm. Cuando se añadió la bentonita a la pasta fina, ésta se agitó a continuación con el mismo agitador de hélice pero a 800 rpm.

Todos los ensayos de mezclado, cizallamiento y retención se efectuaron en un aparato Britt Dynamic Drainage Jar modificado provisto de un tamiz de alambre de 250  $\mu$ m.

La retención se determinó con un tanto por ciento de la manera convencional. La suspensión se sometió al drenaje por vacío para determinar el tiempo de drenaje en segundos (sobre una escala en donde el aumento de tiempo indica un drenaje más lento), los sólidos de la almohadilla como un tanto por ciento (sobre una escala en donde el aumento de los sólidos de la almohadilla indica un menor desaguado después del drenaje y por lo tanto un secaje potencialmente más rápido), y el delta P. el delta P es una indicación de la formación o el grado de floculación dentro de la hoja, de forma que valores más pequeños indican una mejor formación.

En las siguientes tablas, las dosificaciones de los polímeros y dosificaciones de bentonita vienen dados en gramos por tonelada, los sólidos de la almohadilla y la retención como porcentajes, y el drenaje por vacío en segundos. El polímero A y la bentonita se añaden siempre a la pasta fina. El polímero E se añade a la pasta espesa o a la pasta fina.

Los procesos en donde el polímero E se añade a la pasta fina, seguido de la adición de la bentonita a la pasta fina, son similares a los procesos descritos en la patente EP-A-235893.

Por conveniencia, los valores de la retención se han anotado en las mismas tablas como otras propiedades, pero experimentalmente, fueron determinados en experimentos separados.

La tabla 2 muestra los resultados cuando el polímero de peso molecular alto, se añade a la pasta fina (como en EP-A-235893), y la tabla 3 muestra los procesos de acuerdo con la invención en los cuales el polímero se añade a la pasta espesa seguido del coagulante y/o la bentonita a la pasta fina. La tabla 4 muestra una modificación del proceso de EP-A-235893 en donde el polímero coagulante se añade después de que el polímero floculante haya sido añadido a la pasta fina, y la tabla 5 muestra un proceso de acuerdo con la patente EP-A-335575, en donde el polímero coagulante se añade a la pasta fina antes del polímero floculante.

En la tabla 6 se muestran ensayos comparativos de las diferentes tablas, para permitir una comparación entre los diferentes procesos.

Se deduce de estos datos, y en particular de la tabla 6, que en estos ensayos, los procesos de la invención (en donde el polímero floculante se añade a la pasta espesa) dan una mejor formación (delta P más bajo) que cualquier otro de los procesos y que una mejor formación va acompañada por una aceptable retención, mejor contenido en sólidos de la almohadilla, y mejores valores de drenaje. En particular, en los procesos preferidos en los que se emplea el floculante en la pasta espesa y el polímero coagulante seguido de la bentonita en la pasta fina, los resultados muestran una mejor formación, una mejor retención y un mejor contenido en sólidos de la almohadilla. La pequeña disminución del rendimiento del drenaje es comercialmente aceptable. En realidad, esto puede ser deseable en algunas máquinas modernas de fabricar papel de alta velocidad y alto cizallamiento.

TABLA 2

PASTA FINA E	BENIGNITA	REIENCION (%)	DELTA P	CONIENIDO EN SOLI- DOS DE LA ALMCHADIT- ILA	DRENAJE POR VACIO.
0	0	69.8	-	-	-
200	4000	82.5	10	32.5	19
400	4000	82.8	11.25	32.1	14
600	4000	84.4	14.00	31.0	10
1000	4000	91.1	15.5	30.2	10
1500	4000	95.4	-	-	-
600	0	79.8	7.5	32.3	27
600	2000	84.0	13.75	30.9	11
600	4000	84.4	14.0	31.0	10
600	6000	83.9	12.75	31.2	13

TABLA 3

PASTA FINA E	A	BENTONITA	RETENCION (%)	Delta P	Contenido en sólidos de la autredulía	DRENAJE POR VACIO
600	0	0	67.3	-	-	-
600	500	0	70.8	-	-	-
600	1000	0	71.1	-	-	-
600	2000	0	71.0	-	-	-
600	0	4000	80.3	7.5	31.9	20
600	500	4000	83.7	11.75	-	13
600	1000	4000	86.3	12	32.2	12
600	1500	4000	-	11.0	32.8	15
600	2000	4000	81.7	-	-	-
600	4000	4000	75.4	-	-	-

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

TABLA 4 ( E DESPUES A DESPUES BENTONITA )

E	A	BENTONITA	A P	Contenido en solidos de la alirochilla	DRENAJE POR VACIO (SEGUNDOS)
600	500	4000	16.0	30.4	8
600	750	4000	16.25	30.9	8
600	1000	4000	17.0	30.8	10
600	1500	4000	16.0	31.1	10

TABLA 5 ( A DESPUES E BENTONITA )

A	E	BENTONITA	A P	CONIENIDO EN SOLIDOS DE LA AIROCHILLA	DRENAJE POR VACIO (SEGUNDOS)
500	600	4000	16.25	30.1	9
750	600	4000	17.05	30.0	8
1000	600	4000	18.0		7
1500	600	4000	17.5	30.3	8

TABLA 6

	RETENCION %	Delta P	CONVENIO EN SOLIDOS DE LA ALMOCADILLA	DRENAJE
E ESPESA DESPUES A DESPUES BENIGNITA	86.3	12	32.2	12
E ESPESA DESPUES BENIGNITA	80.3	7.5	31.9	20
E FINA DESPUES BENIGNITA	84.4	14	31.0	10
E FINA DESPUES A DESPUES BENIGNITA	-	17	30.8	10
A FINA DESPUES E DESPUES BENIGNITA	-	18	-	7

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

# ES 2 161 893 T5

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la fabricación de papel, que comprende:

5 la formación de una suspensión celulósica de pasta espesa de papel con un contenido en sólidos de por lo menos el 2,5% en peso, de por lo menos una suspensión celulósica componente de la pasta espesa con un contenido en sólidos de por lo menos un 2,5% en peso,

10 la floculación de la pasta espesa de papel mediante la adición a la pasta espesa o por lo menos a una suspensión componente de la pasta espesa, de un primer material polimérico sintético, sustancialmente soluble en agua, con una densidad de carga catiónica teórica no mayor de aproximadamente 3 meq/g y una viscosidad intrínseca de por lo menos 4 dl/g,

15 la dilución de la pasta espesa floculada para formar una pasta fina con un contenido en sólidos no mayor del 2% en peso,

20 adición a la pasta fina antes del drenaje, de un coagulante seleccionado de coagulantes inorgánicos catiónicos y/o unos segundos polímeros que tienen una viscosidad intrínseca por debajo de 3 dl/g y una densidad de carga catiónica teórica por encima de 4 meq/g,

drenaje de la pasta fina a través de un tamiz para formar una hoja,  
y secado de la hoja.

25 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual el coagulante es un polímero de cloruro de dialildimetil amonio.

30 3. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual se añade un material coloidal aniónico a la pasta fina, después del coagulante y antes del drenaje.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual se añade un material coloidal aniónico a la pasta fina antes del drenaje.

35 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3 o reivindicación 4 y, en el cual el material coloidal aniónico es una arcilla inorgánica hinchable.

40 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual se añade un auxiliar de retención polimérica a la pasta fina antes del drenaje.

7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la cantidad del primer polímero que se añade es una cantidad suficiente para reducir la turbidez del filtrado de la pasta espesa por debajo del 50% de la turbidez en ausencia del polímero.

45 8. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la cantidad del primer polímero es por lo menos un 25% de la cantidad que da una turbidez óptima del filtrado de la pasta espesa.

50 9. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, efectuado en un aparato que utiliza uno o más molinos de pasta, un recipiente para la mezcla de la pasta espesa, y un recipiente de reserva de pasta espesa, y el primer polímero se añade a uno o más molinos de pasta, al recipiente de reserva y al recipiente mezclador.

55

60

65