



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 267 597**

51 Int. Cl.:  
**D21H 21/10** (2006.01)  
**D21H 17/68** (2006.01)  
**D21H 17/44** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00987489 .2**  
86 Fecha de presentación : **04.12.2000**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1266092**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **18.12.2002**

54 Título: **Método de producción de papel.**

30 Prioridad: **02.12.1999 FI 992598**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.03.2007**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.03.2007**

73 Titular/es: **Kemira Oyj**  
**Porkkalankatu 3**  
**00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es: **Ahlgren, Jonni y**  
**Strengell, Kimmo**

74 Agente: **Aragonés Forner, Rafael Ángel**

ES 2 267 597 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

Método de producción de papel.

5 La presente invención se refiere a un método destinado a la producción de papel y de cartón, en el que se utiliza como material de retención del sistema de retención una disolución de un polímero catiónico junto con una mezcla de micropartículas que contiene una arcilla hinchable del grupo de la esmectita.

10 En la actualidad, la utilización de micropartículas en el sistema de retención de la producción de papel, en particular en la producción de papel fino, resulta muy habitual, con la intención de mejorar la eficacia del proceso de producción. Las ventajas de adoptar la utilización de micropartículas comprenden una mayor retención, una deshidratación más eficaz y una mejor formación. Las micropartículas más eficaces que se utilizan son las micropartículas coloidales basadas en la sílice de tipos diversos, en forma sólida o de sol, y los materiales naturales hinchables del tipo de la bentonita que pertenecen al grupo de arcillas de la esmectita. En vez de, o además de, un compuesto de micropartículas  
15 resulta posible utilizar como material de retención del sistema de retención polímeros, que pueden ser aniónicos, catiónicos o no iónicos, y que se caracterizan por su peso molecular elevado. El problema que provoca la utilización de dichos compuestos consiste normalmente en una floculación excesiva, que empeora las propiedades ópticas del papel.

20 Los silicatos pueden ser minerales cristalinos naturales o materiales sintéticos. Los silicatos sintéticos presentan la ventaja de poseer unas propiedades que se controlan mejor, en cuyo caso se puede maximizar la eficacia del material microparticulado utilizado. Los silicatos sintéticos utilizados como material de retención en los sistemas de retención comprenden, por ejemplo, la sílice y los polisilicatos coloidales, los silicatos de aluminio y los silicatos de aluminio modificados con metales alcalinos y con metales alcalinotérreos. El tamaño de las partículas de dichos materiales  
25 es normalmente de unos pocos nanómetros o de unas pocas decenas de nanómetros, y resultan más caros que, por ejemplo, la bentonita.

Los minerales del grupo de arcillas naturales de la esmectita comprenden la montmorillonita, la beidellita, la nontronita, la saponita y la sauconita, compuestas principalmente por silicatos de aluminio y algunas de las que contiene, aparte de sodio, también otros cationes, tales como magnesio, hierro, calcio o cinc. Las esmectitas comprenden también la hectorita y la vermiculita, compuestas principalmente, en cambio, por silicato de magnesio y que contienen también, en un menor grado, otros cationes. Las arcillas naturales normalmente son algo más oscuras que los materiales sintéticos, debido a las impurezas presentes en las mismas.

30 La bentonita es una especie de roca compuesta principalmente por montmorillonita (*Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology* ("Enciclopedia de Tecnología Química Kirk-Othmer"), Parte 6 4ª edición, p. 394). Sin embargo, habitualmente se utiliza la denominación de bentonita en productos comerciales que contienen principalmente montmorillonita. Los materiales del tipo de la bentonita se han utilizado en la producción de papel como materiales absorbentes de las impurezas. La hectorita natural está compuesta principalmente de silicato de magnesio. En la hectorita, se han sustituido algunos de los iones intercambiables de sodio por iones de litio. Además, la estructura contiene algún fluoruro.

35 La bentonita se ha utilizado como material de retención en la producción de papel junto con un polímero catiónico en la patente US 4 753 710 de Allied Colloids. En el proceso según la patente, se añadió un polímero catiónico, preferentemente polietilenimina, un producto de epiclrorhidrina poliamina, un polímero de cloruro amónico dialildimetilo, o un polímero de monómeros acrílicos, a una suspensión celulósica acuosa antes de la última etapa de deslizamiento, y se añadió la bentonita tras dicha etapa de deslizamiento. De este modo, se obtuvieron unas mejores propiedades de retención, deshidratación, secado y formación de la trama. En el sistema de micropartículas según el método se utiliza bentonita, que se puede obtener con el nombre comercial de HYDROCOL.

40 Por su parte, en el método de producción de papel según la patente US 5 178 730 de Delta Chemicals, antes de la etapa de deslizamiento se añade a la pasta un polímero catiónico, que es preferentemente un derivado amínico terciario o cuaternario de la poliacrilamida, y después de la etapa de deslizamiento, antes de la caja de entrada, se añade hectorita natural en una proporción en peso de 0,5:1 - 10:1. Se ha observado que la combinación del polímero y la hectorita utilizada en el método influye en la retención del relleno y en la deshidratación de un modo más eficaz del que lo realiza, por ejemplo, la bentonita utilizada del modo correspondiente. El método según la patente puede utilizarse tanto en fórmulas de producción de papel alcalinas como ácidas.

45 En la patente US 5 876 563 de Allied Colloids se utiliza como material de retención un almidón catiónico junto con un polímero catiónico y un material aniónico microparticulado. El material microparticulado propuesto para utilizar en dicho proceso es, por ejemplo, la bentonita o la sílice coloidal o microgeles de polisilicatos o microgeles de ácido polisilícico junto con sílice coloidal modificada con aluminio, o microgel de polisilicatos modificados con aluminio o microgel de ácido polisilícico modificado con aluminio, formándose una suspensión.

50 En la solicitud WO 99/14432 de Allied Colloids, el material microparticulado es preferentemente bentonita, sílice coloidal, ácido polisilícico, microgel de polisilicatos o una versión de los mismos modificada con aluminio.

## ES 2 267 597 T3

En las patentes finlandesas 67735 y 67736, se utiliza con un tamaño hidrófobo, un material de retención que contiene, junto con un polímero, preferentemente poliacrilamida, como componente aniónico un ácido silícico coloidal, bentonita, carboximetil celulosa (carmelosa) o poliacrilamida carboxílica.

5 La utilización de micropartículas de silicatos junto con un polímero catiónico en un sistema de retención se describe en la patente US 5 194 120 de Delta Chemicals. El catión dominante del silicato metálico amorfo sintético era el Mg, y el polímero era preferentemente un derivado amínico terciario o cuaternario de la poliacrilamida, encontrándose su proporción comprendida entre 0,03:1 y 30:1. Mediante el método, se mejoraron la retención, la deshidratación y la formación al utilizar unas cantidades de materiales de retención menores que las utilizadas previamente, y por lo tanto  
10 los costes fueron proporcionalmente menores.

Según nuestras observaciones, cuando se utiliza la bentonita junto con la poliacrilamida, actúa como material microparticulado eficaz en el sistema de retención. Comparado con éste, el silicato metálico sintético en el que el catión dominante es el Mg, en una situación equivalente, no resulta tan eficaz como la bentonita.  
15

Se ha observado, sorprendentemente, que cuando se utiliza una mezcla de micropartículas en la que la mayor parte consiste en bentonita o hectorita y a la que se añade una pequeña cantidad de silicato metálico sintético que presente el magnesio como catión dominante, dicha mezcla actúa de material microparticulado de un modo más eficaz de lo que lo hace cualquiera de los componentes de la mezcla, la bentonita o la hectorita o el silicato metálico sintético por separado.  
20

Según la presente invención se proporciona por lo tanto un método de producción de papel o cartón de tal modo que los materiales de retención se añaden a la corriente de pasta de papel que circula hacia la caja de entrada de la máquina para fabricar papel, la corriente de pasta de papel se dirige hacia la malla, se deshidrata la pasta de papel a fin de formar una tela de papel, y se seca la tela de papel, caracterizándose el método porque los materiales de retención utilizados consisten en una disolución de un polímero catiónico hidrosoluble y una mezcla de micropartículas que contiene, en forma de suspensión, una arcilla hinchable del grupo de la esmectita y un silicato metálico sintético coloidal, siendo el catión dominante del silicato metálico sintético de la suspensión el magnesio.  
25

Dicha arcilla hinchable del grupo de la esmectita, a la que de ahora en adelante se hará referencia en la presente memoria como material arcilloso, es preferentemente la bentonita o la hectorita.  
30

La mezcla de micropartículas en forma de suspensión se prepara preferentemente mezclando dicho material arcilloso, preferentemente la bentonita o la hectorita, y dicho silicato metálico juntos mientras se secan. Se prepara una suspensión a partir de la mezcla seca decantando la mezcla seca en agua, preferentemente hasta una concentración del 1 al 20%, y especialmente preferentemente hasta una concentración de aproximadamente el 5%.  
35

La mezcla de micropartículas puede transportarse y almacenarse en forma de suspensión, pero la mezcla de micropartículas se transporta y se almacena preferentemente en forma seca, y se prepara la suspensión a partir de la misma *in situ*, inmediatamente antes de su utilización.  
40

La proporción del material arcilloso en la mezcla de micropartículas se puede encontrar comprendida entre el 85 y el 99% en peso y la del silicato metálico entre el 1 y el 15% en peso. La proporción del silicato metálico sintético con respecto al material arcilloso se encuentra preferentemente comprendida entre 0,03 y 0,1. La cantidad total de la mezcla de micropartículas a añadir a la pasta de papel es preferentemente de por lo menos el 0,05%, comprendida especialmente preferentemente entre el 0,1 y el 0,25% del peso seco de los sólidos de la pasta de papel.  
45

Según la presente invención, los materiales de retención se añaden preferentemente en etapas de modo que se añade primero la disolución de un polímero catiónico, a continuación se realiza la etapa de deslizamiento y tras la misma se añade la mezcla de micropartículas en forma de suspensión.  
50

Al utilizar la mezcla de micropartículas según la presente invención, se alcanza un nivel de retención sorprendentemente elevado, a pesar de que cuando el material arcilloso o el silicato metálico sintético se utiliza sólo como material de retención, el nivel de retención resulta inferior. Puede suponerse que la ventaja debida a la sinergia se basa en la capacidad del silicato añadido simultáneamente para provocar una distribución más uniforme de las partículas del material arcilloso en la fase acuosa, con lo que el área superficial de las partículas del material arcilloso puede aprovecharse de un modo más eficaz. Cuando la mezcla de micropartículas según la presente invención se utiliza como material de retención, la retención del material de relleno ha de encontrarse hasta 5 puntos por encima en el porcentaje que cuando se utilizan los componentes individuales de la mezcla con las mismas dosificaciones. Un resultado similar se obtiene con la retención total, aunque el cambio no resulte tan claramente observable en relación con la retención del material de relleno, ya que el material de relleno constituye la mayor parte de la fracción de la pasta de papel más difícil de retener en la malla.  
55  
60

La reproducibilidad de los resultados de las determinaciones resulta especialmente significativa; sin excepción, siempre se obtienen unos mejores resultados de retención con la mezcla, sin tener en cuenta las condiciones de la producción, que con los componentes individuales de la mezcla.  
65

Además, el color de la mezcla de micropartículas es algo más claro que el de la bentonita pura.

## ES 2 267 597 T3

Al utilizar la mezcla de micropartículas según la presente invención se alcanza un nivel de retención elevado usando una cantidad menor de material de retención si se compara con la utilización de los componentes individuales de la mezcla. En este caso, por ejemplo, resultan menores los problemas con el polvo y los consiguientes problemas de manipulación. El índice de eficacia de la utilización de micropartículas aumenta al mismo tiempo que se puede mantener constante la eficacia alcanzada y se puede reducir la cantidad de material a añadir.

El silicato metálico sintético según la presente invención ha de presentar una capacidad de intercambio de cationes suficientemente elevada y preferentemente controlable. Habitualmente el catión intercambiable puede ser, por ejemplo,  $\text{Li}^+$ . El catión dominante es el magnesio, tal como, por ejemplo, en el producto que se vende con el nombre comercial de Laponite. El material arcilloso puede ser cualquier bentonita comercial o material del tipo de la bentonita, tal como la montmorillonita, la beidellita, la nontronita, la saponita, la sauconita, la vermiculita o la hectorita, o una versión modificada de las mismas. Se puede utilizar ventajosamente la bentonita, por ejemplo, el producto de Kemira Chemicals vendido con el nombre comercial de Altonit SF, o la hectorita natural.

El polímero catiónico utilizado en la presente invención puede producirse ventajosamente al copolimerizar acrilamida con un monómero catiónico o metacrilamida con un monómero catiónico. El peso molecular del polímero catiónico es preferentemente de por lo menos 500.000 y se añade a la pasta de papel en una cantidad de por lo menos el 0,02%, especialmente preferentemente entre el 0,03 y el 0,05% del peso seco de los sólidos de la pasta de papel.

El polímero catiónico utilizado en la presente invención puede ser cualquier copolímero de acrilamida y/o metacrilamida, preparado utilizando por lo menos como uno de los comonómeros un monómero cargado catiónicamente o cargable catiónicamente. Dichos monómeros comprenden el cloruro amónico de metacrililoixietiltrimetilo, el cloruro amónico de acrililoixietiltrimetilo, el cloruro amónico del 3-(metacrilamida)propiltrimetilo, el cloruro amónico del 3-(acrililamida)propiltrimetilo, el cloruro amónico de dialildimetilo, el acrilato de dimetilaminoetilo, el metacrilato de dimetilaminoetilo, la dimetilaminopropilacrilamida, la dimetilaminopropilmetacrilamida, o un monómero similar. El polímero puede contener también monómeros distintos de la acrilamida, la metacrilamida, o algún monómero catiónico o cationizable.

El polímero catiónico puede ser también un polímero que se haya tratado después de convertirse en catiónico, por ejemplo, un polímero preparado a partir de poli(acrilamida) o poli(metacrilamida) utilizando las reacciones de Hofmann o de Mannich.

El polímero catiónico se puede preparar mediante métodos de polimerización de iniciación radical y como producto puede encontrarse tanto en forma de polvo seco como en forma de emulsión de una disolución polimérica en un medio orgánico.

Antes de realizar la dosificación, se prepara una disolución del polímero del 0,05 al 0,5%, especialmente preferentemente una disolución del 0,1 al 0,3%, pudiéndose diluir más dicha disolución antes del punto de alimentación a fin de garantizar una buena mezcla.

Se ha observado que el método según la presente invención resulta resistente con respecto a diversas disposiciones, pastas y sustancias de relleno de prueba. El material de la pasta de papel y su pasta inicial puede encontrarse compuesta, por ejemplo, por una pasta química o una pasta mecánica convencionales o por otras materias primas convencionales utilizadas en la fabricación de papel, tal como papel reciclado. La sustancia de relleno, que puede ser, por ejemplo, carbonato cálcico triturado o precipitado, caolín, caolín calcinado, talco, dióxido de titanio, yeso, una sustancia de relleno sintética inorgánica u orgánica, prefiriéndose, sin embargo, el carbonato cálcico, se incorpora a la pasta mediante un método convencional antes de añadir el polímero catiónico. El método según la presente invención se puede utilizar en cualquier aparato convencional de fabricación de papel o cartón. Además, el método no resulta crítico al considerar el efecto del tipo de silicato metálico sintético o de la proporción de la mezcla de bentonita y del silicato metálico.

Mediante el método según la presente invención, puede mejorarse el nivel de retención en comparación con los métodos conocidos de las técnicas anteriores y, al mismo tiempo, si así se pretende, se puede reducir la cantidad de material de retención, con lo que los efectos perjudiciales provocados por su utilización resultan menos importantes.

La presente invención y sus formas de realización se describen a continuación con la ayuda de diversos ejemplos; el propósito de los ejemplos, sin embargo, no es el de restringir el alcance de la invención.

### Ejemplo 1

Las pruebas de retención se llevaron a cabo utilizando un aparato Dynamic Drainage Jar (DDJ). La pasta de papel fue una pasta de papel obtenida a partir de una máquina para fabricar papel fino, pasándose a la caja de entrada. La muestra de pasta de papel se había obtenido justo antes de la adición del material de retención. El contenido en sustancia de relleno de la pasta de papel era del 36% del contenido sólido seco de la pasta de papel. La sustancia de relleno era carbonato cálcico precipitado. Para las pruebas se diluyó la pasta de papel con agua de intercambio de iones desde la consistencia original de 8,7 g/l hasta una consistencia de 8,0 g/l. El pH de la pasta de papel era de 8,1. En las pruebas se utilizó el siguiente procedimiento gradual:

## ES 2 267 597 T3

1. En el instante 0 s, siendo la velocidad de mezcla de 1500 rpm, la muestra de pasta de papel se vertió en un recipiente.
2. A los 10 s, se añadió el polímero a la pasta de papel.
3. A los 30 s, se disminuyó la velocidad de mezcla hasta 1000 rpm.
4. A los 35 s, el material microparticulado o la mezcla de micropartículas se añadió a la pasta de papel.
5. A los 45 s, se tomó una muestra del material filtrado.

La malla utilizada fue una malla DDJ de trama 200 125P. El polímero fue poliacrilamida catiónica (PAM1) de Kemira Chemicals, que es un copolímero de acrilamida y cloruro amónico de acrililoxiethyltrimetilo y presenta una carga de aproximadamente 1 meq/g y un peso molecular de aproximadamente 7 Mg/mol. La bentonita utilizada fue la Altonit SF de Kemira Chemicals. El silicato metálico sintético utilizado, en el que el catión dominante era el magnesio, fue el Laponite RD de Laporte. Las dosificaciones se indican como la cantidad de material añadido por peso seco de los sólidos de la pasta de papel, siendo la unidad g/tonelada. En las mezclas de micropartículas, la proporción de la mezcla se indica en tanto por ciento en peso. La mezcla contenía un 95% de bentonita y un 5% de silicato metálico sintético. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 1.

TABLA 1

*Resultados del nivel de retención total y de retención de la sustancia de relleno tanto cuando se utilizó bentonita como cuando se utilizó una mezcla de bentonita y de un silicato metálico sintético (mezcla)*

PAM1 g/tonelada	Micropartículas g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %		Retención total, %	
		Bentonita	Mezcla	Bentonita	Mezcla
250	1000	16,4	18,9	64,8	67,6
250	2000	19,2	20,8	64,8	69,5
400	1000	31,0	31,5	71,2	71,6
400	2000	38,3	42,7	74,3	77,5
500	1000	38,9	47,7	75,1	79,4

En todas las dosificaciones de PAM1 se puede observar que la mezcla de un material microparticulado sintético y bentonita funciona mejor con las mismas dosificaciones de lo que lo hace la bentonita sola. La mezcla resulta más ventajosa, con la pasta de papel utilizada en el presente ejemplo, con las dosificaciones PAM1 más elevadas (500 g/tonelada), en cuyo caso se observa una mejora clara especialmente en el nivel de retención de la sustancia de relleno.

El presente ejemplo demuestra claramente que los resultados de la retención siempre resultan mejores de un modo reproducible cuando se utiliza una mezcla de bentonita y un silicato metálico sintético que cuando se utiliza la bentonita sola.

### Ejemplo 2

Se realizaron las pruebas de retención básicamente del mismo modo del Ejemplo 1, pero la máquina para fabricar papel fino utilizada no fue la misma y por lo tanto los valores numéricos no resultan comparables directamente con los valores obtenidos en el Ejemplo 1. La pasta de papel utilizada fue una pasta de papel artificial preparada en el laboratorio, para la que se utilizaron pastas químicas blanqueadas de pino y de abedul, en una proporción de 1:1, y se tomaron como pasta espesa de una máquina para fabricar papel fino. El contenido de sustancia de relleno en la pasta de papel fue del 40% del contenido de los sólidos secos de la pasta de papel. La sustancia de relleno utilizada fue carbonato cálcico triturado. El pH de la pasta de papel fue de 7,5 y su consistencia fue de 8,3 g/l. Se utilizó agua corriente como agua de disolución. La bentonita utilizada fue la Hydrocol OA de Allied Colloids y la Altonit SF de Kemira Chemicals. El silicato metálico sintético utilizado, en el que el catión dominante era el magnesio, fue el Laponite RD (MSRD) de Laporte. Los polímeros fueron el Hydrocol 847 de Allied Colloids y la PAM1. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 2. Los resultados son las medias de dos pruebas paralelas. La dosificación de micropartículas fue de 2000 g/tonelada.

## ES 2 267 597 T3

TABLA 2

*Resultados del nivel de retención total y de retención de la sustancia de relleno tanto cuando se utilizaron las bentonitas de los dos distintos fabricantes en comparación con un silicato metálico sintético*

	Polímero	Dosificación del polímero, g/tonelada	Micropartículas		Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
			Bentonita	Silicato		
	Hydrocol 847	200	Hydrocol OA		34,8	72,0
	Hydrocol 847	400	Hydrocol OA		66,5	85,6
	PAM1	200	Altonit SF		31,6	69,2
	PAM1	400	Altonit SF		69,9	87,2
	PAM1	200		MSRD	18,5	64,7
	PAM1	400		MSRD	47,7	77,5

Los resultados demuestran que el silicato metálico sintético resulta claramente menos eficaz que cualquiera de los tipos de bentonita.

A partir de los resultados combinados del presente ejemplo y el Ejemplo 1 puede llegarse a la conclusión que el orden de rendimiento de las composiciones de micropartículas presentadas es: silicato sintético < bentonita < mezcla de bentonita y silicato metálico sintético.

Por lo tanto, una mezcla de un silicato metálico y bentonita proporciona un mejor resultado que cualquiera de los componentes puros de la mezcla por separado.

### Ejemplo 3

Se realizaron las pruebas de retención básicamente del mismo modo descrito en el Ejemplo 1. La pasta de papel utilizada fue una pasta de papel obtenida a partir de una máquina para fabricar papel fino, pasándose a la caja de entrada. La muestra de pasta de papel se había obtenido justo antes de la adición del material de retención. El contenido en sustancia de relleno de la pasta de papel era del 38% del contenido sólido seco de la pasta de papel. La sustancia de relleno era carbonato cálcico precipitado. El pH de la pasta de papel era de 8,2 y su consistencia era de 7,8 g/l. La bentonita utilizada fue la Altonit SF de Kemira Chemicals. El silicato metálico sintético utilizado fue tanto el Laponite RD (MSRD) de Laporte o su versión modificada con polifosfato Laponite RDS (MSRDS). El polímero fue la PAM1 y la dosificación de la misma fue de 400 g/tonelada. La proporción del silicato metálico sintético en la mezcla era de un 10% y la de la bentonita era de un 90%. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 3. Los resultados son las medias de dos pruebas en paralelo.

TABLA 3

*Efecto de la selección del silicato metálico sintético en la mejora del nivel de retención producido por la mezcla*

	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
	Bentonita	1000	65,4	83,0
	MSRD/bentonita	1000	69,9	86,4
	MSRDS/bentonita	1000	69,6	87,3
	Bentonita	2000	68,9	85,5
	MSRD/bentonita	2000	72,0	87,5
	MSRDS/bentonita	2000	70,1	85,8

## ES 2 267 597 T3

Sin tener en cuenta el silicato metálico sintético utilizado, la retención de la sustancia de relleno es siempre mejor cuando se utiliza una mezcla que cuando se utiliza la bentonita sola como material microparticulado. La diferencia provocada en el nivel de retención por parte de los distintos silicatos sintéticos es pequeña.

5 Basándose en los resultados ilustrados en el presente ejemplo se observó que el tipo de silicato metálico sintético utilizado en la muestra resulta poco significativo en lo que se refiere a la retención.

### Ejemplo 4

10 La prueba se planificó como en el Ejemplo 3. La proporción del silicato metálico sintético de la mezcla fue del 5 al 10% y la proporción de bentonita fue del 90 al 95%. Los resultados se ilustran en la Tabla 4.

TABLA 4

15 *Efecto de la proporción de la mezcla sobre la retención cuando se utiliza una mezcla de bentonita y MSRDS o de bentonita y el silicato metálico MSRDS*

Micropartícula	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
Bentonita	2000	68,9	85,5
MSRD/bentonita 5/95	2000	73,6	86,0
MSRD/bentonita 10/90	2000	72,0	87,5
MSRDS/bentonita 5/95	2000	71,6	87,3
MSRDS/bentonita 10/90	2000	70,1	85,8

Según el presente ejemplo, la proporción de la mezcla apenas afecta a la retención y el tipo de silicato metálico sintético tampoco influye significativamente.

### Ejemplo 5

Se realizaron las pruebas de retención utilizando un banco de pruebas Moving Belt Drainage Tester. El banco de pruebas configura la formación de una tela de papel con unas condiciones parecidas a la formación de telas en una máquina para fabricar papel de modo que, durante la formación de la tela, se utiliza el rascado periódico de la tela y un nivel de vacío muy elevado, normalmente del orden de -30 kPa. El banco de pruebas se describe con un mayor detalle en el artículo de Björn Krogeus "*Laboratory testing of retention and drainage*" ("Pruebas de laboratorio de retención y drenaje"), p. 87 en Leo Neimo (ed.), *Papermaking Science and Technology*, Parte 4, *Paper Chemistry*, Fapet Oy, Jyväskylä 1999.

La pasta para papel utilizada fue, según el Ejemplo 1, pasta para papel obtenida a partir de una máquina para fabricar papel fino, pasándose a la caja de entrada. La muestra de pasta de papel se había obtenido justo antes de la adición del material de retención. El nivel de vacío pretendido mientras se producía aire a causa del flujo a través de la lámina era de -30 kPa. El período de aspiración efectivo fue de 250 ms. La temperatura de la pasta para papel durante las pruebas fue de 45°C. El gramaje pretendido era de 80 g/m<sup>2</sup>. Las velocidades de mezcla se seleccionaron de modo que fueran aptas para el banco de pruebas según el mismo principio que se ilustra en la Tabla 1. La bentonita utilizada fue la Altonit SF de Kemira Chemicals. El polímero fue la PAM1, con una dosificación de 400 g/tonelada. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 5. Los resultados son las medias de 10 pruebas en paralelo.

TABLA 5

*Resultados de retención con distintos planes de pruebas cuando se utilizó una mezcla de micropartículas según la invención*

Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención total, %
Bentonita	2000	90,4
MSRDS/bentonita 5/95	1500	95,0
MSRDS/bentonita 5/95	2000	98,5

## ES 2 267 597 T3

Las mezclas de un silicato metálico sintético y la bentonita produjeron un nivel de retención claramente mejor sin considerar las dosificaciones que el que produjo la bentonita por sí sola.

Al comparar los resultados obtenidos utilizando el plan de pruebas según el Ejemplo 1 con los resultados obtenidos en el presente ejemplo se demuestra que las mezclas de un silicato metálico sintético y la bentonita aumentan el nivel de retención en comparación con la bentonita incluso cuando se utilizan unos planes de pruebas distintos.

### Ejemplo 6

Las pruebas de retención se realizaron principalmente según el Ejemplo 1. La pasta para papel utilizada fue una pasta de papel artificial preparada en el laboratorio, utilizándose una pasta para papel obtenida a partir de una máquina para fabricar papel fino, pasándose a la caja de entrada, y que contenía como sustancia de relleno carbonato cálcico precipitado. Se añadieron a la pasta para papel pastas químicas blanqueadas espesas de pino y de abedul, obtenidas de la misma máquina, y carbonato cálcico triturado. La muestra de pasta de papel se había obtenido justo antes de la adición del material de retención. El contenido en sustancia de relleno de la pasta de papel era del 32% del contenido sólido seco de la pasta de papel. La sustancia de relleno era una mezcla de carbonato cálcico precipitado y triturado. El pH de la pasta de papel era de 8,1 y su consistencia era de 8,1 g/l. Como disolvente se utilizó agua de intercambio de ion. La bentonita utilizada fue la Altonit SF de Kemira Chemicals. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 6a.

TABLA 6a

*Efecto del material de la pasta de papel sobre el nivel de retención cuando se utilizó pasta de papel artificial*

PAM 1, g/tonelada	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
400	Bentonita	1000	60,4	84,4
400	MSRD/bentonita 5/95	1000	63,0	86,8
500	Bentonita	2000	74,5	90,2
500	MSRD/bentonita 5/95	2000	76,4	94,8

Además, se realizaron pruebas de retención utilizando una pasta de papel de laboratorio a la que se añadieron pastas químicas blanqueadas de pino y de abedul en una proporción de 1:2, obtenidas como pasta espesa de la máquina para fabricar papel fino. El contenido de sustancia de relleno en la pasta de papel fue del 36% del contenido sólido seco de la pasta de papel. La sustancia de relleno era carbonato cálcico triturado. El pH de la pasta de papel era de 7,5 y su consistencia era de 7,7 g/l. La bentonita utilizada fue de nuevo la Altonit SF de Kemira Chemicals y el silicato metálico sintético utilizado fue tanto el Laponite RD (MSRD) o RDS (MSRDS) de Laporte. La proporción de bentonita en la mezcla de partículas se encontraba comprendida entre el 90 y el 99% y la proporción de silicatos metálicos entre el 1 y el 10%. El polímero fue la PAM1 y la dosificación de la misma fue de 400 g/tonelada. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 6b. Los resultados son las medias de dos pruebas en paralelo.

TABLA 6b

*Efecto del material de la pasta de papel sobre el nivel de retención cuando se utilizó pasta de papel artificial que contenía pasta química blanqueada*

Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
Bentonita	1000	69,3	89,9
RD	1000	67,5	87,9
RDS	1000	64,5	86,3
MSRD/bentonita 2/98	1000	71,6	90,9
MSRD/bentonita 5/95	1000	75,3	91,7

## ES 2 267 597 T3

TABLA 6b (continuación)

5	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %	Retención total, %
	MSRDS/bentonita 1/99	1000	72,8	90,5
10	MSRDS/bentonita 5/95	1000	73,2	91,1
	MSRDS/bentonita 10/90	1000	74,8	91,6
15	Bentonita	2000	73,3	91,3
	MSRD/bentonita 2/98	2000	77,8	92,6
	MSRD/bentonita 5/95	2000	77,6	92,9
20	MSRDS/bentonita 1/99	2000	77,0	91,7
	MSRDS/bentonita 5/95	2000	78,6	92,6
25	MSRDS/bentonita 10/90	2000	78,3	92,4

Los resultados demuestran claramente la superioridad de una mezcla de bentonita y un silicato metálico ante la bentonita pura o los silicatos metálicos puros, sin considerar el material de la pasta de papel. Además, los resultados demuestran que la superioridad de la muestra utilizada según el Ejemplo 3 fue independiente del material del silicato metálico sintético en el caso del material de la pasta de papel implicado. El efecto de unas proporciones de mezcla variadas sobre la mejora de la propiedad de retención de la mezcla utilizada es poco importante, tal como se puede observar también en el Ejemplo 4, con un material de pasta de papel ligeramente distinto.

### Ejemplo 7

Se realizaron las pruebas de retención utilizando un banco de pruebas Moving Belt Drainage Tester, básicamente como en el Ejemplo 6. La pasta de papel utilizada fue pasta para papel obtenida a partir de una máquina para fabricar papel base LWC, pasándose a la caja de entrada. La muestra de pasta de papel se había obtenido justo antes de la adición del material de retención. El pH de la pasta de papel fue de 7,6 y su consistencia fue de 7,5 g/l. El nivel de vacío pretendido mientras se producía aire a causa del flujo a través de la lámina era de -30 kPa. El período de aspiración efectivo fue de 250 ms. La temperatura de la pasta para papel durante las pruebas fue de 50°C. El gramaje pretendido era de 50 g/m<sup>2</sup>. Las velocidades de mezcla se seleccionaron de modo que fueran aptas para el banco de pruebas según el mismo principio que se ilustra en la Tabla 1. La bentonita utilizada fue la Altonit SF de Kemira Chemicals. El polímero fue la PAM1, así como otra poliacrilamida catiónica con una carga de aproximadamente 2 meq/g y un peso molecular de aproximadamente 5 Mg/mol (PAM2). La dosificación del polímero fue de 300 g/tonelada. El contenido de sustancia de relleno en las láminas de papel completadas fue de aproximadamente el 15%. Los resultados de retención se ilustran en la Tabla 7. Los resultados son las medias de 10 pruebas en paralelo.

TABLA 7

*Efecto de la pasta utilizada sobre la retención mejorada al utilizar una mezcla de micropartículas según la invención*

55	Polímero	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención total, %
	PAM1	Bentonita	1000	66,1
60	PAM1	MSRD/bentonita 5/95	1000	71,6
	PAM1	MSRD/bentonita 10/90	1000	70,7
	PAM2	Bentonita	1000	68,4
65	PAM2	MSRD/bentonita 5/95	1000	71,0
	PAM2	MSRD/bentonita 10/90	1000	70,1

## ES 2 267 597 T3

Los resultados obtenidos indican que las mezclas de bentonita y de un silicato metálico sintético actúan claramente mejor de lo que lo hace la bentonita también con pastas distintas a las del papel fino, en el presente caso una pasta de papel que contiene pasta mecánica gruesa.

### 5 Ejemplo 8

#### *Efecto activador del MSRD sobre la acción de la hectorita*

10 No se ha comparado una mezcla de MSRD y hectorita con la hectorita sola en la misma serie de pruebas, pero la acción de cada uno se ha comparado en distintas series de pruebas con la acción de la bentonita, y de este modo el efecto activador del MSRD sobre la acción de la hectorita puede deducirse indirectamente al comparar la acción de cada uno con la acción de la bentonita.

15 Las pruebas de retención se realizaron básicamente del modo descrito en el Ejemplo 1. Sin embargo, en las pruebas se utilizaron unas velocidades de mezcla superiores a las de la prueba del Ejemplo 1, ya que se pretendía examinar la acción de las micropartículas a unas velocidades de deslizamiento superiores a fin de acercarse a los valores de retención que aparecen normalmente en la máquina para fabricar papel. Las secuencias de dosificación utilizadas se describen en las Tablas 8a y 8b.

20 TABLA 8a

*Pruebas con la hectorita como material microparticulado. Consistencia de la pasta de papel 8,1 g/l*

Momento, s	Acto
0	Velocidad de mezcla 1500 rpm. Muestra de pasta de papel (500 ml) en el recipiente
10	Dosificación del polímero
30	Velocidad de mezcla 1980 rpm,
35	Dosificación del material microparticulado
35	Recogida de la muestra de material filtrado

40 TABLA 8b

*Pruebas utilizando una mezcla de MSRD y hectorita como material microparticulado. Consistencia de la pasta de papel 8,5 g/l*

Momento, s	Acto
0	Velocidad de mezcla 1500 rpm. Muestra de pasta de papel (500 ml) en el recipiente
10	Dosificación del polímero
35	Dosificación del material microparticulado
45	Recogida de la muestra de material filtrado

55 La pasta de papel utilizada era una pasta de papel artificial realizada en el laboratorio, para la que se obtuvieron pastas químicas blanqueadas de pino y de abedul (utilizadas en una proporción de 1:2) como pasta de alta consistencia de una máquina para la fabricación de papel fino (una máquina distinta a la del Ejemplo 1). El contenido de sustancia de relleno en la pasta de papel fue del 40% del contenido sólido seco de la pasta de papel. La sustancia de relleno era carbonato cálcico triturado. El pH de la pasta de papel era de 7,5. La consistencia en las pruebas que investigaban la acción de la hectorita en comparación con la bentonita fue de 8,1 g/l y las pruebas que investigaban la acción de una mezcla de MSRD y hectorita en comparación con la bentonita fue de 8,5 g/l. El disolvente utilizado fue agua blanca obtenida de la máquina para fabricar papel y agua corriente a la vez.

60 La hectorita utilizada fue la Acti-Min 6000H, suministrada por ITC, Inc. La bentonita fue la Altonit SF y el polímero fue la PAM1.

65 Los resultados de retención se ilustran en las Tablas 8c y 8d.

## ES 2 267 597 T3

TABLA 8c

*Acción de la hectorita en comparación con la acción de la bentonita. Los resultados son las medias de dos pruebas en paralelo*

5

Dosificación de PAM 1, g/tonelada	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %
400	Hectorita	1000	20,4
400	Hectorita	2000	26,5
400	Bentonita	1000	21,6
400	Bentonita	2000	24,7

10

15

TABLA 8d

*Acción de una mezcla de MSRD y hectorita en comparación con la acción de la bentonita. Los resultados son las medias de dos pruebas en paralelo*

20

Dosificación de PAM 1, g/tonelada	Micropartículas	Dosificación de micropartículas, g/tonelada	Retención de la sustancia de relleno, %
400	MSRD/hectorita 5/95	1000	21,2
400	MSRD/hectorita 5/95	2000	23,8
400	MSRD/hectorita 10/90	1000	21,4
400	Bentonita	1000	18,9
400	Bentonita	2000	20,4

25

30

35

La retención de la sustancia de relleno alcanzada con la hectorita con una dosificación de 1000 g/tonelada es del 94% del nivel de retención alcanzado con la bentonita cuando se dosifica la bentonita en una cantidad equivalente.

40

La retención de la sustancia de relleno alcanzada con la hectorita con una dosificación de 2000 g/tonelada es del 107% del nivel de retención alcanzado con la bentonita cuando se dosifica la bentonita en una cantidad equivalente.

45

La retención de la sustancia de relleno alcanzada con una mezcla de MSRD y hectorita en una proporción de 5/95 con una dosificación de 1000 g/tonelada es del 112% del nivel de retención alcanzado con la bentonita con la misma dosificación. La retención de la sustancia de relleno alcanzada con una mezcla de MSRD y hectorita en una proporción de 10/90 con una dosificación de 1000 g/tonelada es del 113% del nivel de retención alcanzado con la bentonita cuando se dosifica la bentonita en una cantidad equivalente.

50

La retención de la sustancia de relleno alcanzada con una mezcla de MSRD y hectorita en una proporción de 5/95 con una dosificación de 2000 g/tonelada es del 117% del nivel de retención alcanzado con la bentonita, cuando se dosifica la bentonita en una cantidad equivalente.

55

De este modo, a una dosificación de 1000 g/tonelada la acción de la hectorita resulta más débil que la de la bentonita, pero las acciones de las mezclas de MSRD y hectorita son claramente mejores que las de la bentonita. A una dosificación de 2000 g/tonelada la acción de la hectorita resulta mejor que la de la bentonita pero la de una mezcla de MSRD y hectorita resulta incluso mejor claramente. Puede, por lo tanto, llegarse a la conclusión a partir de los resultados que el MSRD ayuda a mejorar también la acción de la hectorita en las pruebas de retención.

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Método de producción de papel o cartón de tal modo que los materiales de retención se añaden a la corriente de  
pasta de papel que circula hacia la caja de entrada de la máquina, se dirige la corriente de pasta de papel hacia la malla,  
se deshidratan la pasta de papel a fin de formar una tela de papel, y se seca la tela de papel, **caracterizado** porque  
los materiales de retención utilizados consisten en una solución de un polímero catiónico hidrosoluble, siendo dicho  
10 polímero catiónico un copolímero de acrilamida o metacrilamida y un monómero catiónico y, en forma de suspensión,  
una mezcla de micropartículas que contiene una arcilla hinchable del grupo de la esmectita y un silicato metálico  
sintético coloidal, siendo el catión dominante del silicato metálico sintético de la suspensión el magnesio, en el que  
la mezcla de micropartículas contiene la arcilla hinchable del grupo de la esmectita en una cantidad del 85 al 99% en  
peso y el silicato metálico sintético coloidal en una cantidad del 1 al 15% en peso.

15 2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque dicha arcilla hinchable del grupo de la esmectita es en  
su mayor parte bentonita.

3. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque dicha arcilla hinchable del grupo de la esmectita es en  
su mayor parte hectorita.

20 4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque dichos materiales de  
retención se añaden en etapas añadiendo primero una disolución del polímero catiónico, después de la cual sigue la  
etapa del proceso de deslizamiento para disolver los flóculos, y a continuación se añade la mezcla de micropartículas  
en forma de suspensión.

25 5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque el peso molecular del  
polímero catiónico es de por lo menos 500.000.

30 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque dicho polímero catiónico  
se utiliza en una cantidad de por lo menos el 0,02%, preferentemente comprendida entre el 0,03 y el 0,05%, del peso  
seco de los sólidos de la pasta de papel.

35 7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque dicha mezcla de micro-  
partículas se utiliza en una cantidad de por lo menos el 0,05%, preferentemente comprendida entre el 0,1 y el 0,25%,  
del peso seco de los sólidos de la pasta de papel.

40 8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la mezcla de micropartí-  
culas en forma de suspensión se prepara *in situ* a partir de una arcilla hinchable del grupo de la esmectita y un silicato  
metálico sintético coloidal.

45 9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la pasta de papel contiene  
celulosa, pasta mecánica o fibras recicladas, o diversas combinaciones de las mismas, así como sustancias de relleno  
y aditivos utilizados habitualmente en la fabricación de papel.

50 10. Método según la reivindicación 9, **caracterizado** porque la sustancia de relleno es carbonato cálcico triturado  
o precipitado, caolín, caolín calcinado, talco, dióxido de titanio, yeso, una sustancia de relleno sintética inorgánica u  
orgánica.

50

55

60

65