

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 905 703**

51 Int. Cl.:

D21H 17/37 (2006.01)
D21H 11/18 (2006.01)
D21H 17/28 (2006.01)
D21H 17/55 (2006.01)
D21H 17/00 (2006.01)
D21H 23/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.11.2017 PCT/IB2017/057526**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.06.2018 WO18100524**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2017 E 17817165 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.11.2021 EP 3548665**

54 Título: **Premezcla útil en la fabricación de un producto a base de fibra**

30 Prioridad:

01.12.2016 SE 1651582

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

11.04.2022

73 Titular/es:

**STORA ENSO OYJ (100.0%)
P.O. Box 309
00101 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**BACKFOLK, KAJ;
HEISKANEN, ISTO y
SAUKKONEN, ESA**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 905 703 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

Premezcla útil en la fabricación de un producto a base de fibra

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un proceso en donde se mezcla celulosa microfibrilada (MFC, por sus siglas en inglés) con al menos dos adyuvantes de retención, seleccionados de un polímero catiónico o anfótero y una micropartícula o nanopartícula como premezcla útil en un proceso para la fabricación de productos a base fibra tales como papel, cartón, tejidos, productos no tejidos o películas.

Antecedentes

En sistemas en los que se dosifica una gran cantidad de materiales finos o aditivos hidrosolubles en un proceso para la fabricación de productos a base de fibra, resulta muy complicado mezclar otros productos químicos funcionales, tales como agentes de retención, en el sistema. La dosificación del sistema de retención en una composición fibrosa multicomponente podría, por ejemplo, llevar a una neutralización de carga irregular del sistema o a fluctuaciones en la retención o a una floculación irregular y/o irreversible.

La eficiencia de mezcla de los productos químicos de retención y deshidratación también puede verse reducida si otros productos químicos bloquean los sitios en la celulosa microfibrilada (MFC) o finos, o si otros productos químicos consumen los productos químicos de retención.

El documento WO2014154937 A1 se refiere a un procedimiento para la producción de papel o cartón que comprende proporcionar una pasta que comprende fibras de celulosa, añadir una mezcla que comprende celulosa microfibrilada y un aditivo de resistencia a la pasta, añadir una micropartícula a la pasta después de la adición de dicha mezcla, deshidratar la pasta en un alambre para formar una banda y secar la banda.

El documento WO2011055017 A1 se refiere a un proceso para la preparación de papel o cartón que comprende: añadir un sistema de retención a un flujo de pasta que entra en la caja de entrada de una máquina de papel, dirigir el flujo de pasta a un alambre, deshidratar el flujo de pasta en el alambre para formar una banda de papel y secar la banda de papel, en donde el sistema de retención comprende un polímero catiónico hidrosoluble, así como nanocelulosa que supuestamente actúa como una micropartícula, en donde la nanocelulosa se agrega en una cantidad de menos del 1 % como sustancia activa basada en peso de sólidos en seco de la pasta. La intención es que la nanocelulosa actúe como una micropartícula y que así se pueda evitar el uso de micropartículas inorgánicas. De acuerdo con el documento WO2011055017, los componentes se añaden secuencialmente.

Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento que facilite la mezcla de productos químicos de procesos funcionales tales como adyuvantes de retención en un sistema que contenga una gran cantidad de materiales de celulosa fina. Además, la técnica anterior también hace hincapié en que se requiere un control ajustable de la floculación reversible para aumentar la retención y la deshidratación en un alambre. También existe la necesidad de mejorar la eficacia de la interacción físico-química de la MFC con otros productos químicos, fibrillas, rellenos y fibras en las suspensiones descritas anteriormente.

45 Resumen

Es un objeto de la presente divulgación proporcionar un modo mejorado de dosificación de MFC y adyuvantes de retención en un proceso para la fabricación de productos a base de fibra. En una realización, al preparar una premezcla antes de dosificarla en la pasta en un proceso para la fabricación de papel o cartón, se puede mejorar la refloculación de MFC y las propiedades de retención. El uso de una premezcla según la presente invención facilita la deshidratación y permite velocidades más altas de la máquina de papel o cartón.

Sorprendentemente, se ha encontrado que haciendo una premezcla de productos químicos de retención y MFC, la retención de MFC es más eficaz. Además, se mejora la retención de componentes tanto orgánicos como inorgánicos. La retención mejorada normalmente da paso a aguas blancas más limpias y, por lo tanto, reduce el carbono orgánico total (COT), la demanda química de oxígeno (DQO) y la demanda biológica de oxígeno (DBO) de dichas aguas blancas.

La premezcla según la presente invención es particularmente útil en sistemas que comprenden grandes cantidades de sustancias coloidales, nanofibras, nano o micro rellenos, polímeros hidrosolubles o coloides tales como almidón, derivados de celulosa, látex, etc. La premezcla según la presente invención también es adecuada para la deshidratación a alta velocidad y proporciona un comportamiento de deshidratación lento.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso para la producción de un producto a base de fibra que comprende el paso de preparar una premezcla que comprende:

a) celulosa microfibrilada, en donde la cantidad de celulosa microfibrilada es de 0,1 kg a 50 kg por tonelada de composición fibrosa en seco; en donde la celulosa microfibrilada es fibra o fibrilla de partículas de celulosa a escala nanométrica con al menos una dimensión inferior a 100 nm;

b) polímero catiónico, en donde la cantidad del polímero catiónico en la mezcla es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dicho polímero catiónico se selecciona de almidón, poliaminoamida-epiclorhidrina y poliácridamida catiónica o copolímero de los mismos; y

c) micropartículas o nanopartículas, en donde la cantidad de micropartículas o nanopartículas es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dichas micropartículas o nanopartículas son partículas de sílice, microsilíce, bentonita o microbentonita;

y dosificar dicha premezcla en la pasta en un proceso para la fabricación de un producto a base de fibra.

Las micropartículas o nanopartículas utilizadas de acuerdo con la presente invención son adyuvantes de retención, es decir, influyen en las propiedades de retención de agua en el proceso de preparación de un producto a base de fibra.

Las micropartículas utilizadas según la presente invención tienen un diámetro promedio individual, en una dimensión, de 0,1 a 10 μm tal como de 0,2 a 10 μm o de 0,2 a 5 μm , pero pueden formar agrupaciones que son así agregados más grandes de micropartículas. Preferentemente, al menos el 90 % de las micropartículas tienen un diámetro en este intervalo. En una realización, las micropartículas son inorgánicas. Las micropartículas son esencialmente insolubles en agua. Las micropartículas son sílice, microsilíce, bentonita o microbentonita. En una realización de la invención, las micropartículas son aniónicas. En una realización de la invención, dicha sílice o microsilíce es aniónica a pH neutro o alcalino. En una realización de la presente invención, las micropartículas son anfóteras a pH neutro o alcalino. En una realización de la presente invención, las micropartículas son no iónicas.

Cuando se utilizan nanopartículas, las nanopartículas son sílice o bentonita. En una realización de la invención, las micropartículas son aniónicas. En una realización de la invención, dicha sílice o nanosilíce es aniónica a pH neutro o alcalino. En una realización de la presente invención, las nanopartículas son anfóteras a pH neutro o alcalino. En una realización de la presente invención, las nanopartículas son no iónicas. Las nanopartículas utilizadas según la presente invención tienen normalmente un diámetro promedio individual en una dimensión de 1 a 100 nm, pero pueden formar agrupaciones que son así agregados más grandes de nanopartículas. Preferentemente, al menos el 90 % de las nanopartículas tienen un diámetro en este intervalo.

La cantidad de micropartículas o nanopartículas añadidas es de 0,01 kg a 10 kg, tal como 0,1 kg a 9 kg, 0,1 kg a 8 kg, 0,1 kg a 6 kg, 0,1 kg a 5 kg, 0,1 kg a 4 kg, 0,1 kg a 2 kg o 0,1 kg a 1 kg por tonelada de composición fibrosa en seco.

En una realización de la presente invención, se utiliza una relación específica de polímero a partícula. La relación (en peso) depende de la carga y el peso molecular del polímero utilizado, pero normalmente es de aproximadamente 1:3 a aproximadamente 1:20, tal como de aproximadamente 1:5 a 1:12 o de 1:8 a 1:10.

Dicho polímero catiónico se selecciona de almidón catiónico, poliaminoamida-epiclorhidrina (PAE), poliácridamida catiónica o copolímero de los mismos (C-PAM).

En una realización de la presente invención, la cantidad de polímero es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, tal como de 0,1 kg a 2 kg o de 0,1 kg a 1 kg por tonelada de composición fibrosa en seco.

En una realización de la presente invención, se añade sal a la premezcla. Ejemplos de sales adecuadas son sales de metales monovalentes, divalentes o trivalentes tal como NaCl, CaCl₂, MgCl₂, AlCl₃, etc. La cantidad de sal añadida a la premezcla se encuentra entre el 0,1-50 % (p/p) en función del contenido de sólidos de la premezcla.

En una realización de la presente invención, la celulosa microfibrilada tiene un valor de Schopper Riegler (°SR) de más de 85 °SR, o más de 90 °SR, o más de 92 °SR. El valor de Schopper-Riegler se puede determinar mediante el método estándar definido en la norma EN ISO 5267-1.

En una realización de la presente invención, la MFC se preflocula antes de formar la premezcla. La prefloculación se puede conseguir proporcionando una suspensión de MFC y mezclando o fluidificando MFC y el polímero catiónico o anfótero en dicha suspensión antes de mezclar con la micropartícula o nanopartícula. La adición de la micropartícula o nanopartícula provoca la prefloculación en dicha suspensión.

El término "prefloculación", tal como se utiliza en el presente documento, se define como la formación de copos, es decir, agregados, antes de dosificar la premezcla en la pasta en un proceso para la fabricación de un producto a base de fibra.

El término "premezcla" tal como se utiliza en el presente documento se define como una mezcla de los componentes de la premezcla antes de dosificar la premezcla en la pasta en un proceso para la fabricación de un producto a base de fibra.

5 En una realización de la presente invención, la premezcla se obtiene co-refinando o co-fluidificando los componentes que deben formar parte de la premezcla. En una realización, el co-refinado o la co-fluidificación se puede llevar a cabo mediante un enfoque de cocción a chorro o mediante un dispositivo de mezcla de alto cizallamiento tal como un homogeneizador o una mezcladora de rotor-estator, opcionalmente combinado con el uso de un dispositivo de refinación o batido.

10 En una realización de la presente invención, la MFC prefloculada se desflocula debido al cizallamiento cuando se añade a la pasta. Sin embargo, la refloculación se ve facilitada por la formación de dicha premezcla antes de dosificar la premezcla a la pasta en un proceso para la fabricación de papel o cartón.

15 En una realización de la presente invención, la premezcla se dosifica utilizando un sistema de TrumpJet (comercializado por Wetend Technologies Ltd.).

20 La premezcla según la presente invención resulta útil en la fabricación de productos a base de fibras tales como papel, cartón, tejidos, tejidos no tejidos y películas, tales como películas de MFC.

El término composición fibrosa tal como se utiliza en el presente documento se refiere a la suspensión que comprende fibras y productos químicos que se deposita sobre un alambre en un proceso para fabricar un producto a base de fibra. Tales procesos para fabricar un producto a base de fibra son conocidos en la técnica.

25 Descripción detallada

En el contexto de la solicitud de patente, se entenderá por celulosa microfibrilada (MFC) una fibra o fibrilla de partículas de celulosa a escala nanométrica con al menos una dimensión inferior a 100 nm. La MFC comprende fibras de celulosa o lignocelulosa parcial o totalmente fibriladas. Las fibrillas liberadas tienen un diámetro inferior a 30 100 nm, mientras que el diámetro real de las fibrillas o la distribución del tamaño de partícula y/o la relación de aspecto (largo/ancho) depende de la fuente y los procedimientos de fabricación.

La fibrilla más pequeña se llama fibrilla elemental y tiene un diámetro de aproximadamente 2-4 nm (véase, por ejemplo, Chinga-Carrasco, G., Cellulose fibres, nanofibrils and microfibrils,; The morphological sequence of MFC components from a plant physiology and fibre technology point of view, Nanoscale research letters 2011, 6:417), mientras que es común que la forma agregada de las fibrillas elementales, también definidas como microfibrillas (Fengel, D., Ultrastructural behavior of cell wall polysaccharides, Tappi J., March 1970, Vol 53, No. 3.), sea el principal producto que se obtiene al fabricar MFC, por ejemplo, mediante el uso de un proceso de refinado extendido o un proceso de desintegración por caída de presión. Dependiendo de la fuente y el proceso de fabricación, la longitud de las fibrillas puede variar desde aproximadamente 1 a más de 10 micrómetros. Un grado de MFC grueso puede contener una fracción sustancial de fibras fibriladas, es decir, fibrillas que sobresalen de la traqueida (fibra de celulosa) y con una determinada cantidad de fibrillas liberadas de la traqueida (fibra de celulosa).

45 Existen diferentes acrónimos para la MFC tal como microfibrillas de celulosa, celulosa fibrilada, celulosa nanofibrilada, agregados de fibrillas, fibrillas de celulosa a escala nanométrica, nanofibras de celulosa, nanofibrillas de celulosa, microfibras de celulosa, fibrillas de celulosa, celulosa microfibrilar, agregados de microfibrillas y agregados de microfibrillas de celulosa. La MFC también se puede caracterizar por diversas propiedades físicas o físico-químicas tales como una gran superficie específica o su capacidad para formar un material similar a un gel con pocos sólidos (1-5 % en peso) cuando se dispersa en agua. La fibra de celulosa se fibrila preferentemente hasta tal punto que el área de superficie específica final de la MFC formada es de aproximadamente de 1 a aproximadamente 50 300 m²/g, tal como de 1 a 200 m²/g, o más preferentemente 50-200 m²/g cuando se determina para un material liofilizado con el procedimiento BET.

55 Existen diversos procedimientos para producir MFC, tales como refinado de una o múltiples pasadas, prehidrólisis seguida de refinado o desintegración de alto cizallamiento o liberación de fibrillas. Por lo general, se requiere uno o varios pasos de pretratamiento para que la fabricación de MFC sea eficiente y sostenible desde el punto de vista energético. Las fibras de celulosa de la pulpa a suministrar pueden, de este modo, tratarse previamente enzimática o químicamente, por ejemplo, para reducir la cantidad de hemicelulosa o lignina. Las fibras de celulosa pueden modificarse químicamente antes de la fibrilación, en donde las moléculas de celulosa contienen grupos funcionales distintos (o además) de los que se encuentran en la celulosa original. Dichos grupos incluyen, entre otros, grupos 60 carboximetilo (CM), aldehído y/o carboxilo (celulosa obtenida por oxidación mediada por N-oxilo, por ejemplo, "TEMPO"), o amonio cuaternario (celulosa catiónica). Después de modificarse u oxidarse en uno de los procedimientos anteriormente descritos, es más fácil desintegrar las fibras en MFC o en fibrillas de tamaño nanofibrilar.

65

- 5 La celulosa nanofibrilar puede contener algunas hemicelulosas; la cantidad depende de la fuente de la planta. La desintegración mecánica de las fibras tratadas previamente, por ejemplo, materia prima de celulosa hidrolizada, hinchada previamente u oxidada se lleva a cabo con un equipo adecuado tal como un refinador, triturador, homogeneizador, filtro de coloides, triturador de fricción, sonicador de ultrasonidos, fluidizador tal como microfluidizador, macrofluidizador u homogeneizador de tipo fluidizador. Dependiendo del procedimiento de fabricación de la MFC, el producto también puede contener finos o celulosa nanocristalina o, por ejemplo, otros productos químicos presentes en las fibras de madera o en el proceso de fabricación de papel. El producto también puede contener diversas cantidades de partículas de fibra de tamaño micrométrico que no se han fibrilado de manera eficiente. La MFC se produce a partir de fibras de celulosa de madera, tanto de madera dura como de
- 10 madera blanda. También se puede fabricar a partir de fuentes microbianas, fibras agrícolas como pulpa de paja de trigo, bambú, bagazo u otras fuentes de fibra no maderera. Preferentemente está fabricado de pulpa que incluye pulpa de fibra virgen, por ejemplo, pulpas mecánicas, químicas y/o termomecánicas. También se puede fabricar con papel roto o reciclado.
- 15 La definición anteriormente descrita de MFC incluye, pero no se limita a, el nuevo estándar propuesto TAPPI W13021 sobre celulosa nanofibrilada (CMF, por sus siglas en inglés) que define un material de nanofibra de celulosa que contiene múltiples fibrillas elementales con regiones cristalinas y amorfas.
- 20 La máquina de fabricación de papel que se puede utilizar en el proceso según la presente invención puede ser cualquier tipo de máquina convencional conocida por el experto en la materia utilizada para la producción de papel, cartón, tejido o productos similares.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la fabricación de un producto a base de fibra que comprende el paso de preparar una premezcla que comprende:
- 5 a) celulosa microfibrilada, en donde la cantidad de celulosa microfibrilada es de 0,1 kg a 50 kg por tonelada de composición fibrosa en seco; en donde la celulosa microfibrilada es fibra o fibrilla de partículas de celulosa a escala nanométrica con al menos una dimensión inferior a 100 nm;
- 10 b) polímero catiónico, en donde la cantidad del polímero catiónico es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dicho polímero catiónico se selecciona de almidón, poliaminoamida-epiclorhidrina y poliácridamida catiónica o copolímero de los mismos;
- 15 c) micropartículas o nanopartículas, en donde la cantidad de micropartículas es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dichas micropartículas o nanopartículas son partículas de sílice, microsílice, bentonita o microbentonita;
- y dosificar dicha premezcla en la pasta en un proceso para la fabricación de un producto a base de fibra.
2. Un proceso según la reivindicación 1, en donde dichas micropartículas o nanopartículas son inorgánicas.
- 20 3. Un proceso según la reivindicación 1 o 2, en donde dichas micropartículas o nanopartículas son aniónicas a pH neutro o alcalino.
4. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde la relación de peso de polímero a micropartículas o nanopartículas se encuentra en el intervalo de 1:3 a 1:20, preferentemente de 1:5 a 1:12.
- 25 5. Procedimiento para preparar una premezcla tal como se describe en la reivindicación 1, comprendiendo dicha premezcla:
- 30 a) celulosa microfibrilada, en donde la cantidad de celulosa microfibrilada es de 0,1 kg a 50 kg por tonelada de composición fibrosa en seco; en donde la celulosa microfibrilada es fibra o fibrilla de partículas de celulosa a escala nanométrica con al menos una dimensión inferior a 100 nm;
- b) polímero catiónico, en donde la cantidad del polímero catiónico en la mezcla es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dicho polímero catiónico se selecciona de almidón, poliaminoamida-epiclorhidrina y poliácridamida catiónica o copolímero de los mismos;
- 35 c) micropartículas o nanopartículas, en donde el contenido de micropartículas en la mezcla es de 0,01 kg a 10 kg por tonelada de composición fibrosa en seco, en donde dichas micropartículas o nanopartículas son partículas de sílice, microsílice, bentonita o microbentonita;
- 40 en donde dicha premezcla se prepara co-refinando o co-fluidificando los componentes de la premezcla al fabricar la celulosa microfibrilada.