

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 612 382**

51 Int. Cl.:

D21H 13/24	(2006.01) D21D 1/20	(2006.01)
C08L 1/02	(2006.01) C08L 67/04	(2006.01)
D21H 23/04	(2006.01) D21H 11/04	(2006.01)
D21H 25/04	(2006.01) D21H 13/12	(2006.01)
D21H 27/10	(2006.01) D21H 13/14	(2006.01)
B29K 401/00	(2006.01) D21H 13/20	(2006.01)
B29K 67/00	(2006.01) D21H 21/40	(2006.01)
B29C 70/12	(2006.01) B42D 25/29	(2014.01)
C08J 3/00	(2006.01)	
C08L 1/08	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.05.2013** **PCT/SE2013/050528**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.11.2013** **WO13169204**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2013** **E 13786974 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016** **EP 2847382**

54 Título: **Procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica**

30 Prioridad:

11.05.2012 SE 1250481
11.05.2012 SE 1250482

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.05.2017

73 Titular/es:

**SÖDRA SKOGSÄGARNA EKONOMISK
FÖRENING (100.0%)**
Skogsudden
351 89 Växjö, SE

72 Inventor/es:

MESIC, NARCIS y
FRIMAN, ANNA LINDA VIKTORIA

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 612 382 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

Procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica. Además, la invención se refiere a artículos compuestos que comprenden fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica producidos en dicho procedimiento y productos que comprenden tales artículos compuestos. El artículo compuesto puede ser un papel tal como una lámina de papel. Las fibras termoplásticas pueden ser fibras polilácticas.

Antecedentes

- 10 Los polímeros de recursos renovables han atraído una cantidad creciente de atención a lo largo de las dos últimas décadas, debido principalmente a dos razones: preocupaciones medioambientales y las limitaciones de los recursos del petróleo. Como la mayoría de los polímeros de la materia prima del petróleo, los polímeros de recursos renovables raramente se usan como materiales funcionales en estado puro. Por el contrario, se usan a menudo
- 15 materiales compuestos que comprenden los polímeros de recursos renovables para mejorar propiedades específicas.

- 20 Las fibras de celulosa se usan ampliamente en materiales poliméricos para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales compuestos. La celulosa es la sustancia mayoritaria obtenida de las fibras vegetales, y las aplicaciones para polímeros reforzados con fibra de celulosa están en un primer plano, con atención especial a las materias primas renovables.

- El desarrollo de polímeros sintéticos usando monómeros de recursos naturales proporciona una nueva dirección para desarrollar polímeros biodegradables respetuosos con el medio ambiente a partir de recursos renovables. Uno de los polímeros más prometedores a este respecto es el poli(ácido láctico) (PLA), porque puede prepararse a partir de productos agrícolas y es fácilmente biodegradable.

- 25 El objetivo habitual para preparar nuevas mezclas de dos o más polímeros no es cambiar las propiedades de los polímeros drásticamente, sino sacar el máximo rendimiento posible de la mezcla.

- El uso de una matriz de PLA reforzada con diversas fibras de celulosa ha sido reportado ampliamente. Las fibras de celulosa tienen un módulo y una resistencia a la tracción de la matriz de PLA mejorados con éxito. Sin embargo, la pobre interfaz entre el PLA hidrófobo y las fibras de celulosa hidrófilas da como resultado propiedades mecánicas pobres. Para mejorar la interfaz entre las fibras de PLA y las fibras a base de celulosa, se han desarrollado diversos
- 30 tratamientos de superficie, tales como esterificación, tratamiento con álcalis y cianoetilación. Sin embargo, es un problema aún producir una mezcla homogénea de fibras de celulosa y fibras de PLA. Esto es especialmente cierto cuando se fabrica papel con una alta cantidad de biofibra, ya que las biofibras largas tienden a crear manojos y copos de fibra. Además, la resistencia de la celulosa habitualmente se reducirá cuando se mezcle un biopolímero, tal
- 35 como PLA, con las fibras de celulosa. La falta de homogeneidad deteriora la estructura del producto obtenido y produce productos con propiedades no uniformes. Por lo tanto, es sumamente importante obtener una mezcla de celulosa y biofibras que sea tan homogénea como sea posible. La homogeneidad puede ser mejorada usando una suspensión de fibras de celulosa cortas. Sin embargo el inconveniente de usar una suspensión de fibras de celulosa cortas es que las propiedades mecánicas tales como la resistencia al desgarro del material resultante se deterioran.

- 40 Una manera de aumentar la homogeneidad de una composición como la descrita anteriormente es añadir p.ej. lubricantes y/o tensioactivos a la suspensión de fibras. El lubricante y/o los tensioactivos reducirán la fricción entre las fibras, y reducirán de este modo la formación de copos de fibras grandes. Sin embargo, la adición de lubricantes y/o tensioactivos tiende a crear problemas con la espumación. Otros métodos se refieren a cambiar la superficie de las fibras de celulosa. Sin embargo, estas soluciones no resuelven totalmente el problema de proporcionar artículos
- 45 compuestos adecuados, tales como láminas de papel, que comprendan fibras termoplásticas tales como fibras de PLA y fibras de celulosa que tengan buena formación, permeabilidad al aire controlada, buen plegado e índice de desgarro cuando sean convertidas en diferentes productos.

- La solicitud de patente internacional WO 2009008822 describe procedimientos para fabricar un material compuesto que tiene fluencia mecanosortiva reducida. Sin embargo, el procedimiento descrito no vence el problema con la
- 50 provisión de homogeneidad.

- Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para fabricar un artículo compuesto tal como una lámina de papel que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas en el que los problemas mencionados anteriormente son vencidos o mitigados al menos en parte. Además, es un objeto de la invención proporcionar artículos compuestos y productos que comprenden tales artículos compuestos que venzan o mitiguen
- 55 los problemas mencionados anteriormente. Las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

Compendio de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- 5 a) mezclar una pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas hasta una composición,
- b) formar la composición hasta una hoja de fibras,
- c) retirar el agua de la hoja de fibras,
- d) secar la hoja de fibras, y
- 10 e) calentar y prensar la hoja de fibras secada de la etapa d) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.

La pulpa húmeda puede ser una suspensión acuosa de pulpa.

Las etapas de proceso del procedimiento mencionado anteriormente pueden realizarse en un orden diferente. Además, el procedimiento puede comprender etapas adicionales.

- 15 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- a) mezclar una pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas en una composición,
- b) retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto intermedio,
- 20 c) secar el artículo compuesto intermedio,
- d) suspender el artículo compuesto intermedio en agua,
- e) formar el artículo compuesto intermedio obtenido de la etapa d) hasta una hoja de fibras y secar dicha hoja de fibras, y
- 25 f) calentar y prensar la hoja de fibras de la etapa e) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.

La pulpa húmeda puede ser una suspensión acuosa de pulpa. El procedimiento puede comprender además una etapa d') de refinado entre la etapa d) y la etapa e).

Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- 30 - mezclar una pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas hasta una composición,
- retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto intermedio, y
- secar el artículo compuesto intermedio,

en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- 35 a) suspender el artículo compuesto intermedio secado en agua;
- b) formar el artículo compuesto intermedio obtenido de la etapa a) hasta una hoja de fibras y secar dicha hoja de fibras, y
- c) calentar y prensar la hoja de fibras de la etapa b) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.

- 40 El procedimiento puede comprender además una etapa de refinado entre la etapa a) y la etapa b).

En los procedimientos descritos en la presente memoria, el prensado de la hoja de fibras puede tener lugar usando una presión de 50 a 1.300 N/cm², tal como de 100 a 500 N/cm² o de 200 a 300 N/cm². El tiempo para prensar puede variar de 1 a 30 minutos, tal como de 2 a 15 minutos o de 5 a 7 minutos.

Se ha encontrado, sorprendentemente, que los problemas mencionados anteriormente son evitados refinando las

5 fibras de pulpa de celulosa y mezclando posteriormente las fibras de pulpa de celulosa refinadas en un estado húmedo con una suspensión acuosa de fibras termoplásticas. Por tanto, las fibras de pulpa de celulosa refinadas, así como las fibras termoplásticas, están en un estado húmedo cuando se mezclan entre sí. Las fibras termoplásticas no están refinadas, es decir, son fibras termoplásticas no refinadas. Las fibras de pulpa de celulosa se refinan hasta el grado deseado antes de ser mezcladas con las fibras termoplásticas. De esta manera, la forma y/o propiedades deseadas de las fibras de pulpa de celulosa, tales como longitud de fibra, desenmarañamiento, resistencia mecánica, índice de tracción y deformación pueden obtenerse sin afectar a las fibras termoplásticas. Este es un beneficio significativo, dado que las fibras termoplásticas pueden ser afectadas de una manera indeseada por el refinado. Por ejemplo, el refinado de las fibras termoplásticas puede conducir a acortamiento de las fibras, modificación de la superficie de las fibras, fusión, formación de grumos y/o atascamiento. En particular, las fibras termoplásticas revestidas pueden perder todo o parte de su revestimiento durante el refinado, cambiando de este modo las propiedades y el comportamiento de las fibras en la dispersión que resulta de mezclar las fibras de pulpa de celulosa refinadas en un estado húmedo con la suspensión acuosa de fibras termoplásticas.

15 Una ventaja adicional del procedimiento descrito en la presente memoria es que permite el uso fibras termoplásticas rizadas, así como rectas, es decir, no rizadas, tales como fibras de PLA. Dado que las fibras termoplásticas rizadas se manejan como balas, son preferidas para usar en una escala industrial, en comparación con fibras termoplásticas rectas, que se suministran en bolsas. Cuando se prepara, por ejemplo, una lámina de papel, se esperaría que las fibras no rizadas se extendieran de una manera diferente en comparación con las fibras rizadas, afectando de este modo a las propiedades mecánicas de la lámina de papel producida. Inesperadamente, los inventores de la presente invención han encontrado que las propiedades mecánicas de las láminas de papel que resultan del procedimiento descrito en la presente memoria exhiben esencialmente las mismas propiedades mecánicas cuando se usan fibras termoplásticas rizadas y no rizadas, respectivamente.

25 Además, tras calentar la hoja de fibras secada en el procedimiento descrito en la presente memoria, las fibras termoplásticas se funden de tal modo que se forma una matriz termoplástica. Se ha encontrado que el calentamiento y el prensado da un artículo compuesto tal como una lámina de papel que tiene una formación, permeabilidad al aire y propiedades mecánicas excelentes. El calentamiento puede tener lugar a una temperatura que es igual a o está por encima de la temperatura de fusión de las fibras termoplásticas. Se apreciará que en el procedimiento descrito en la presente memoria las fibras termoplásticas se funden sustancialmente y no pueden ser recuperadas como las fibras originales. En otras palabras, los artículos compuestos tales como láminas de papel, que incorporan las fibras termoplásticas sustancialmente fundidas, no pueden ser reciclados usando tecnología de fabricación de papel habitual.

35 La temperatura usada para formar una matriz termoplástica calentando la hoja de papel obtenida en el procedimiento descrito en la presente memoria varía dependiendo de las fibras termoplásticas usadas. De manera general, la temperatura debe ser 2°C a 40°C más alta que la temperatura de fusión del polímero termoplástico seleccionado, más preferiblemente 5°C a 20°C más alta que la temperatura de fusión del polímero termoplástico seleccionado. Por ejemplo, cuando se usan fibras de PLA, que tiene una T_m de 170°C, la temperatura puede ser igual a o estar por encima de 172°C, tal como de 175 a 210°C. Cuando se usan fibras de polietileno, ejemplificadas por una T_m de 120°C, la temperatura puede ser igual a o estar por encima de 122°C, tal como de 125 a 160°C. Cuando se usan fibras de polipropileno, ejemplificadas por una T_m de 130°C, la temperatura puede ser igual a o estar por encima de 132°C, tal como de 135 a 170°C. Cuando se usan fibras de polihidroxibutirato, ejemplificadas por una T_m de 170°C, la temperatura puede ser igual a o estar por encima de 172°C, tal como de 175 a 210°C. Sin embargo, el experto en la técnica apreciará que la temperatura de fusión de las fibras termoplásticas puede ser afectada por parámetros tales como pureza, grado de cristalinidad, tamaño de partícula, etc., que tendrán que ser tenidos en cuenta cuando se seleccione la temperatura apropiada para formar la matriz termoplástica tras calentar la hoja de fibras en el procedimiento descrito en la presente memoria. Como se emplea en la presente memoria, T_m significa temperatura de fusión.

50 El refinado de la pulpa que comprende las fibras de pulpa de celulosa puede realizarse usando refinadores convencionales tales como, pero no limitados a, refinadores de cono, refinadores de disco y refinadores cilíndricos. El refinado puede realizarse usando un aporte de energía de 60 a 300 kWh/ton, tal como de 80 a 110 kWh/ton, tal como 100 kWh/ton. El refinado puede realizarse en un intervalo de temperaturas de 60 a 90°C. Además, el refinado puede realizarse a una carga de borde específica, es decir, la cantidad de energía (Julios) aplicada a través de un metro de la placa del refinador, de 1 a 5 J/m.

55 Las fibras de pulpa de celulosa pueden obtenerse de pulpa blanqueada o no blanqueada. La pulpa puede ser pulpa de madera o pulpa de plantas tales como algodón, cáñamo y bambú. Por tanto, las fibras de pulpa de celulosa pueden ser fibras de pulpa de madera de celulosa. Dicha pulpa puede obtenerse directamente de un molino de pulpa, o puede ser pulpa nunca secada de una línea de formación de pulpa, así como pulpa secada. La pulpa nunca secada puede ser pulpa de madera blanda nunca secada. La pulpa nunca secada puede ser también pulpa kraft de madera blanda nunca secada. El uso de pulpa nunca secada ofrece ventajas tales como requerimiento de energía reducido y coste reducido. La pulpa puede ser fabricada a partir de procedimientos de pulpa conocidos por el experto en la técnica.

60 Las fibras de pulpa de celulosa en la composición definida en la presente memoria pueden tener una longitud de 0,5

a 4 mm, tal como de 1 a 3 mm, tal como de 2 a 3 mm. Además, las fibras de pulpa de celulosa pueden ser modificadas químicamente usando un compuesto químico, tal como, pero no limitado a, por ejemplo, CMC (carboximetilcelulosa). La CMC puede reducir adicionalmente la fricción y mejorar la dispersión de las fibras.

5 Las fibras de pulpa de celulosa refinadas a ser mezcladas con las fibras termoplásticas están en un estado húmedo, es decir, están mezcladas con agua. Como se emplea en la presente memoria, las fibras de pulpa de celulosa en un estado húmedo se denominan pulpa húmeda. La pulpa húmeda puede ser una suspensión de pulpa o una lechada de pulpa.

10 Las fibras de pulpa de celulosa pueden estar comprendidas en una suspensión de pulpa, es decir, una suspensión acuosa que comprende de 2 a 30% en peso de fibras de pulpa de celulosa. La suspensión de pulpa puede obtenerse añadiendo agua o agua blanca a las fibras de pulpa de celulosa. La suspensión de pulpa puede tener una concentración de 4% en peso o menos, tal como de 0,1 a 4% en peso, tal como de 1 a 4% en peso, tal como de 3 a 4% en peso, tal como por debajo de 3,5% en peso, tal como de 2 a 4% en peso.

Alternativamente, las fibras de pulpa de celulosa pueden estar comprendidas en una lechada de pulpa, es decir, una pulpa que comprende 35-50% en peso de fibras de pulpa de celulosa en agua.

15 Antes de mezclar las fibras termoplásticas con la pulpa húmeda refinada, las fibras termoplásticas se suspenden en agua. El agua puede tener una temperatura de 70°C o inferior, tal como 60°C, tal como 50°C. La suspensión obtenida puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como 3,5% en peso, en base a las fibras termoplásticas. El manejo de las fibras termoplásticas se facilita en gran medida suspendiendo las fibras termoplásticas en agua y usando la suspensión acuosa de fibras termoplásticas resultante para mezclar con la pulpa húmeda. Además, mezclar la suspensión acuosa de fibras termoplásticas con la pulpa húmeda proporciona una
20 suspensión homogénea. Esto está en contraste con usar fibras termoplásticas secas, lo que conduce a una mezcla no homogénea en la que hay manojos de fibras.

En el procedimiento descrito en la presente memoria la suspensión acuosa de fibras termoplásticas puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como de 3 a 4% en peso o aproximadamente 3,5% en peso.

25 Además, las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden estar revestidas con un revestimiento.

El revestimiento puede comprender un polímero no iónico y/o un polímero aniónico y/o un polímero catiónico y/o un lubricante. La homogeneidad del artículo compuesto obtenido por el procedimiento descrito en la presente memoria puede ser potenciada revistiendo las fibras termoplásticas con el revestimiento. El revestimiento puede permitir la separación de las fibras de celulosa y las fibras termoplásticas, y reducir de este modo la aglomeración de las fibras.

30 El revestimiento puede denominarse también composición de acabado o acabado.

El revestimiento puede comprender de 40 a 60% en peso de lubricante y/o tensioactivo, de 15 a 35% en peso de polímero aniónico y de 10 a 25% en peso de polímero no iónico. El revestimiento también puede comprender de 1 a 5% en peso de un biocida, un antioxidante, un agente antifricción y/o un agente de regulación de la viscosidad. El lubricante y/o tensioactivo puede seleccionarse de ceras, tales como ceras sintéticas, ésteres, tales como estearato de butilo, ésteres etoxilados, ácidos grasos etoxilados, ácidos grasos etoxilados y poliéteres. El polímero aniónico puede seleccionarse de un tensioactivo aniónico, tal como un agente antiestático, tal como fosfatos de ácidos alquílicos y sus sales, derivados etoxilados de las sustancias mencionadas anteriormente, fosfato etoxilado de ácidos grasos y alcoholes, sulfatos y sulfonatos orgánicos. El polímero no iónico puede seleccionarse de tensioactivos no iónicos, tales como emulsionantes tales como poliglicoles, ésteres y éteres de poliglicol, ésteres de ácidos grasos de glicerilo, alcoholes etoxilados, ácidos grasos, amidas grasas, alquilfenoles o derivados de los mismos. La selección de cada componente comprendido en el revestimiento depende del uso de la composición definida en la presente memoria, por ejemplo, si la composición es para ser usada para una aplicación alimentaria en los Estados Unidos, entonces deben seleccionarse componentes aprobados por la Administración de Alimentos y Fármacos (FDA).

45 La cantidad de revestimiento en relación con la cantidad de las fibras termoplásticas puede variar de 0,19 a 0,5% en peso, tal como de 0,25 a 0,45% en peso, tal como de 0,30 a 0,40% en peso. Además, el revestimiento puede no tener que revestir la fibra termoplástica entera, es decir, las fibras termoplásticas pueden ser revestidas parcialmente. Además, las fibras pueden no tener que ser revestidas con el mismo revestimiento, y por lo tanto la cantidad total de fibras termoplásticas puede comprender fibras termoplásticas que tienen diferente composición de los revestimientos. También, no todas las fibras termoplásticas pueden ser revestidas con el revestimiento definido anteriormente o en lo sucesivo, por ejemplo, pero no limitado a, el 80% o más de las fibras termoplásticas pueden ser revestidas, tal como de 80 a 99% de las fibras termoplásticas pueden ser revestidas. Las fibras termoplásticas pueden ser revestidas con una, dos o más capas de revestimiento. Como se mencionó anteriormente, las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

55 Hay diferentes procedimientos disponibles para aplicar un revestimiento a las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA. Uno de los procedimientos más comunes usados comprende estirar la fibra sobre un rodillo, que a su vez gira en un baño que comprende el revestimiento. La cantidad de revestimiento aplicado es determinada por la velocidad del rodillo, la viscosidad del revestimiento y del potencial de humedecimiento del revestimiento. Pueden

añadirse aditivos al fundido del termoplástico, tal como un fundido de PLA, cuando se fabrican las fibras de PLA. Un ejemplo de tal aditivo es etileno-bis-estearamida (EBS) que puede añadirse en una cantidad de 0,1 a 0,5%. La EBS contribuye a hacer a las fibras blandas y flexibles, y también reduce la adhesión a metales.

5 Las fibras termoplásticas pueden seleccionarse de fibras de poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos, copolímeros de los mismos y mezclas de los mismos. La poliolefina puede seleccionarse de polietileno y polipropileno. El poliéster puede seleccionarse de polihidroxibutirato (PHB) y PLA.

Las fibras termoplásticas pueden seleccionarse de fibras hechas de polietileno (que incluye LDPE, LLDPE, MDPE, HDPE), polipropileno, polihidroxibutirato (PHB) y PLA, y copolímeros o mezclas de los mismos.

10 Preferiblemente, las fibras termoplásticas son fibras de PLA. Las fibras de PLA pueden revestirse con un revestimiento descrito en la presente memoria.

15 Las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA de la composición o artículo compuesto descritos en la presente memoria pueden tener una longitud de 1 a 6 mm. Además, las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden tener un dtex de 0,5 a 2,0, tal como de 0,9 a 1,7, tal como 1,5 a 1,7. Las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden tener un ángulo de rizado de 98° o más, tal como hasta 180°. Según la presente invención, las fibras de PLA pueden tener un número de rizado de 1 a 7 rizos/cm, tal como de 1 a 4 rizos/cm. Contrariamente a lo esperado, en el procedimiento descrito en la presente memoria se encontró que las fibras termoplásticas rizadas proporcionan artículos compuestos tales como láminas de papel que tienen sustancialmente las mismas propiedades con respecto a, por ejemplo, permeabilidad al aire y densidad que cuando se usaron fibras termoplásticas no rizadas. El grado de cristalinidad de las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA puede variar. Por ejemplo, las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden tener una cristalinidad de 40%. El grado de cristalinidad dependerá del uso pretendido de la composición definida en la presente memoria.

20 La retirada de agua puede realizarse usando una prensa tal como, pero no limitada a, una prensa de rodillos o una prensa de zapatas. También, la retirada de agua puede realizarse usando varias prensas consecutivas, tal como dos o más prensas. La lámina de papel que ha sufrido la retirada de agua puede tener un contenido de agua de 30-70% en peso, tal como de 40 a 65% en peso.

El secado puede realizarse usando un secador rápido o secador de láminas. El artículo compuesto, tal como una lámina de papel que ha sufrido el secado, puede tener un contenido de agua de 1 a 30% en peso, tal como de 5 a 20% en peso.

30 El procedimiento descrito en la presente memoria proporciona artículos compuestos que comprenden fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica. Se ha encontrado que los artículos compuestos producidos de acuerdo con el procedimiento descrito en la presente memoria tienen excelentes propiedades con respecto a índice de desgarro, rigidez a la tracción, permeabilidad al aire controlada y formación. El artículo compuesto puede ser un papel o una lámina de papel. La medida de la formación se describe más adelante.

35 El artículo compuesto puede comprender capas múltiples, que son prensadas por calor entre sí para formar un objeto sólido.

También se proporciona un producto que comprende uno o más artículos compuestos obtenibles por el procedimiento descrito en la presente memoria.

Varios artículos compuestos, tales como láminas de papel obtenibles por el procedimiento descrito en la presente memoria, pueden ponerse juntos y prensarse por calor para formar un producto en la forma de un objeto sólido.

40 La composición y/o artículo compuesto definido en la presente memoria puede comprender 70% en peso o menos de fibras termoplásticas tales como fibras de polilactida, tal como de 5 a 50% en peso.

La invención también se refiere a un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica obtenible por el método descrito en la presente memoria, así como un producto que comprende uno o más artículos compuestos tales. La matriz termoplástica puede comprender polilactida (PLA).

45 El artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica tal como una matriz de PLA puede caracterizarse por que dicha lámina tiene una formación de 6 a 14, tal como de 7 a 10, y una permeabilidad al aire de 10 a 250 $\mu\text{m}/\text{Pas}$, tal como de 20 a 250 $\mu\text{m}/\text{Pas}$, tal como de 20 a 100 $\mu\text{m}/\text{Pas}$, una resistencia a la humedad igual a o por encima de 2 Nm/g, tal como de 2 a 60 Nm/g, de 2 a 50 Nm/g o de 3 a 50 Nm/g, y un índice de tracción de 40-100 Nm/g, tal como de 48 a 95 Nm/g, tal como de 60 a 80 Nm/g.

50 La formación, tal como la formación de papel, es una propiedad importante, ya que esta propiedad influirá en la calidad de impresión y en otras propiedades tales como resistencia, opacidad y suavidad. Cuanto más bajo es el valor de la formación, más controlada está la permeabilidad al aire, y mejores son el índice de tracción y la resistencia a la humedad.

El artículo compuesto descrito en la presente memoria puede comprender de 5 a 70% en peso de una matriz

termoplástica, tal como de 10 a 30% en peso de una matriz termoplástica. La matriz termoplástica puede ser una matriz de PLA. También, dichas fibras de pulpa de celulosa pueden tener una longitud de 0,5 a 4.

5 También se proporciona el uso de un artículo compuesto producido de acuerdo con el procedimiento descrito en la presente memoria para fabricar una etiqueta, un cartel, una cartulina, un tablero de fibras, un mueble, un recipiente, un laminado, un envase y un material compuesto.

También se proporciona un producto tal como un recipiente o envase que comprende uno o más artículos compuestos descritos en la presente memoria. El recipiente o envase puede usarse para alimentos. El recipiente para alimentos y el envase para alimentos exhiben excelente formación, capacidad de impresión y propiedades mecánicas. También exhiben baja permeabilidad al aire, así como excelente resistencia a la humedad.

10 Los artículos compuestos tales como láminas de papel que comprenden una matriz termoplástica y fibras de pulpa de celulosa descritos en la presente memoria pueden ser puestos en una pila antes de ser fabricados hasta un artículo tal como un envase. También, el experto en la técnica es consciente de que pueden añadirse otros componentes antes de que dichos artículos compuestos sean fabricados hasta uno de los diferentes productos mencionados anteriormente.

15 Medida de la formación

La formación es la distribución de fibra dentro del plano de la lámina, es decir, la variación a pequeña escala de la distribución de masa dentro del plano de una lámina de papel. El número de formación, llamado también formación en la presente memoria, es el índice de formación cuantitativo aceptado generalmente, y es el coeficiente de variación del gramaje local, es decir, la relación de la desviación estándar al gramaje medio de la lámina. La
20 formación se midió como sigue:

Se generó una imagen de radiograma exponiendo una lámina de muestra a una fuente beta (C-14) y registrando la radiación transmitida a través de la lámina con una placa de imágenes. Se transfirió una escala de grises digital escaneada al mapa de gramaje real usando una tira de calibración con niveles de gramaje conocidos a lo largo de una cara de la muestra. El análisis de la formación se realizó a partir del mapa de gramaje. El análisis presentó los
25 números de formación.

El equipo usado:

Fuente de radiación: C-14, tamaño de al menos 120 mm x 120 mm, actividad típicamente 750 MBq

Marco de calibración: 3-8 tiras, cuyos pesos base son conocidos

Escáner: lector de IP Fujifilm con borrador de IP o similar

30 Placas de toma de imágenes (IP): Fujifilm BAS-IP tipo MS o similar

Programa informático: herramientas de evaluación MatLab

El procedimiento se realizó como sigue:

Se midió el peso base de la muestra y las muestras se almacenaron durante una noche para acondicionamiento. Se pesaron las muestras y se calculó el gramaje en g/m^2 .

35 La placa de imágenes tuvo que ser borrada antes del uso. El tiempo de borrado fue de al menos 20 min. La placa de medida también se borró al menos 1 min.

Para obtener la misma exposición de la placa de imágenes, independientemente del peso base de la muestra, el tiempo de exposición tuvo que cambiar mediante la siguiente ecuación:

$$(1) \text{ Tiempo de exposición} = Ae^{\mu B}$$

40 donde A es una constante que depende de la intensidad de la fuente radiactiva, μ es el coeficiente de absorción: típico 0,031, y B es el peso base medio de la muestra.

La unidad para la exposición de cada píxel en el escáner tenía la unidad PSL, que es una unidad interna para el equipo Fuji. El nivel de PSL se acopló con el nivel de grises medio de la imagen del papel sobre la placa expuesta. El nivel de PSL fue mostrado por los programas de evaluación.

45 La constante A de la ecuación (1) se fija al nivel de PSL 30. Para averiguar el coeficiente A, que tuvo que ser calibrado para cada sistema de exposición según el siguiente procedimiento:

- Ajustar A a 5 en la fórmula (1).

- Tomar una muestra de papel y medir el peso base y calcular el tiempo de exposición.

- Hacer la exposición sobre la muestra de papel con el tiempo calculado. Si el PSL mostrado en el programa de evaluación llega a 35, entonces el $A = 5 \cdot 30/35$ para este equipo de exposición.

Hay dos niveles de PSL en el estándar:

Nivel alto: PSL = 30

5 Nivel bajo: PSL = 10

PSL = 30 se recomienda cuando es importante una exactitud alta.

PSL = 10 podría usarse cuando es importante el tiempo usado para el análisis. PSL = 10 da un resultado ligeramente más ruidoso. El tiempo de exposición para PSL = 10 es 1/3 del tiempo calculado para PSL = 30.

10 La muestra se puso entre la placa de imágenes y la fuente de radiación de C-14. Después de exponer las muestras, la placa de imágenes se leyó en el escáner Fuji antes de 1/2 hora desde el final de la exposición. La resolución espacial se ajustó a 100 μm . Cuando el tiempo de exposición hubo transcurrido, la exposición fue detenida automáticamente por la unidad de exposición. Sin embargo, la placa de imágenes fue escaneada antes de media hora después de que la exposición hubo terminado. La placa de imágenes se colocó en el escáner, que escaneó la imagen expuesta hacia el ordenador.

15 Exponiendo la placa de imágenes sin muestra a un nivel de PSL de 30, se obtuvo el perfil de fondo (forma 3D). Suavizar el perfil de fondo y usarlo para corregir todas las imágenes proporcionó resultados más exactos.

La calibración del peso base a imagen en escala de grises se realizó usando tiras de gramaje conocido a lo largo de una cara de la muestra (película mylar de ejemplo).

Los parámetros de la formación se calcularon a partir de la imagen del peso base.

20 Definiciones

La expresión fibras termoplásticas se refiere a fibras basadas en polímero, donde el polímero puede tener un origen renovable o no renovable. Las fibras se caracterizan obteniendo un punto de fusión tras un calentamiento. Los ejemplos de fibras termoplásticas incluyen poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos y copolímeros y mezclas de los mismos.

25 En el presente contexto, la expresión “poli(ácido láctico)”, también conocido como polilactida o PLA, que es un poliéster alifático termoplástico, pretende incluir también poli-L-lactida (PLLA), poli-D-lactida (PDLA) y poli(L-lactida-co-D,L-lactida) (PLDLLA).

30 La expresión “fibra celulósica” pretende incluir en la presente memoria fibras de cualquier planta y material a base de plantas. Los ejemplos de tales fibras, pero no limitados a los mismos, son madera, algodón, cáñamo y bambú. Son ejemplos de fibras de madera, pero no se limitan a los mismos, fibras de pino, picea, abedul y eucalipto. Los ejemplos de métodos de fabricación incluyen formación de pulpa química, CTMP, TMP, cocción con sosa y organosolv.

35 El término “formación”, como se emplea en la presente memoria, quiere decir la distribución de fibra dentro del plano de una lámina, y puede hacer referencia a la transmisión de luz visible (formación óptica) o radiación β (formación de papel).

El término homogeneidad puede hacer referencia al grado de uniformidad de un artículo compuesto tal como una lámina de papel, y puede ser caracterizado por un número de formación, donde un número bajo para la formación significa mejor homogeneidad.

40 El término “rizo” quiere decir la ondulación de una fibra, es decir, la condición en la que el eje de una fibra bajo tensión externa mínima se aparta de una línea recta y sigue un camino ondulado simple o complejo o irregular.

La expresión “ángulo de rizo” quiere decir el ángulo α entre el lado de una onda de rizo y la línea cero, y puede usarse para caracterizar la geometría del rizo. El ángulo de rizo es el ángulo entre los dos lados de un arco de rizo, e indica la agudeza de un rizo.

45 La expresión “número de rizo”, que se llama también frecuencia de rizo o conteo de rizo, caracteriza el número de arcos u ondas de rizo por longitud de fibra enderezada.

La capacidad de los productos de papel para mantener una proporción sustancial de su resistencia original después de ser saturados completamente con una disolución acuosa se conoce como resistencia a la humedad.

El término “matriz”, tal como en el contexto de las expresiones “una matriz termoplástica” o “una matriz de PLA”, denominado también disolución de resina, quiere decir la fase continua de un polímero termoplástico.

Breve descripción de los dibujos

Los procedimientos descritos en la presente memoria se describirán en más detalle con referencia al dibujo adjunto, en donde:

- Figura 1 muestra un diagrama de proceso de un procedimiento para fabricar un artículo compuesto.
- Figura 2 muestra un diagrama de proceso adicional de un procedimiento para fabricar un artículo compuesto.
- Figura 3 muestra el ángulo de rizo α de una fibra.
- Figura 4 muestra las propiedades de láminas de papel producidas por diferentes procedimientos de refinado y diferentes concentraciones de PLA.
- Figura 5 muestra las propiedades de láminas de papel que comprenden fibras de PLA rizadas y no rizadas, respectivamente.

5 Debe apuntarse que los dibujos no han sido dibujados a escala, y que las dimensiones de ciertos rasgos han sido exageradas para fines de claridad.

Descripción detallada

10 El presente procedimiento para fabricar un artículo compuesto tal como un papel o lámina de papel que comprende una matriz termoplástica y fibras celulósicas descritas en la presente memoria proporcionará artículos compuestos que tienen formación apropiada, permeabilidad al aire controlada, propiedades mecánicas excelentes y resistencia a la humedad excelente.

15 Durante la preparación de la composición (preparación de la materia base), las fibras celulósicas refinadas y las fibras termoplásticas se mezclan, el pH puede ajustarse y la composición obtenida puede diluirse con p.ej. agua blanca o agua, hasta una concentración de 0,15%. Después de eso, la composición puede bombearse a la caja formadora y la composición puede ser distribuida uniformemente en el alambre de formación. Opcionalmente, las fibras de celulosa pueden ser pulpa de madera nunca secada descrita en la presente memoria.

20 El alambre de formación puede ser una tela sin fin de poliuretano o un material similar en donde la suspensión de fibras puede ser filtrada y las fibras termoplásticas y celulósicas pueden ser retenidas en la parte superior del alambre durante la retirada de agua, mientras el disolvente/agua blanca pasa a través de la hoja de tela permeable. La retirada de agua se produce por gravedad y vacío. El contenido de sólidos de la hoja húmeda puede ser aproximadamente 20% antes de ser transferida al fieltro de la prensa y entrar en la sección de prensado. Puede usarse un equipo de ultrasonidos para mejorar la formación y la retirada de agua de la hoja húmeda.

25 La sección de prensado puede comprender una o más prensas, tales como, pero no limitadas a, prensas de rodillos y/o de zapatas. La tarea principal de la sección de prensado puede ser aumentar el contenido de sólidos y reducir de este modo la energía de secado requerida. La retirada de agua puede producirse por impacto mecánico sobre la hoja húmeda, y el agua puede ser retirada por presión hacia el fieltro de la prensa. La sección de secado puede comprender un camino de secado de unos pocos cientos de metros de largo a través de un secador. El secado puede realizarse por aire caliente (150°C), que puede ser calentado por vapor caliente. El secador puede comprender varios niveles, en donde la hoja húmeda puede ser transferida por encima de las placas y el aire caliente puede ser soplado a través de boquillas estrechas. Alternativamente, el secado puede realizarse por varios rodillos de superficie caliente, por lo que la hoja de papel es secada por calentamiento conductivo.

30 Después de la etapa de secado, la temperatura de la hoja obtenida puede ser reducida y la hoja puede ser cortada en láminas individuales, que pueden ser apiladas en pilas hasta que se haya alcanzado la altura final de la pila. En una etapa siguiente, las pilas son prensadas y pueden producirse balas. Alternativamente a la lámina, la composición secada puede ser transferida hasta rollos pequeños.

35 Un procedimiento alternativo para proporcionar la composición que comprende fibras y fibras celulósicas a ser usada en el artículo compuesto que comprende una matriz termoplástica y fibras celulósicas definido en la presente memoria es usar secado rápido. A la composición (la materia base) se le retirará el agua y se prensará. El contenido de sólidos puede ser aumentado de este modo, y la composición definida anteriormente o en lo sucesivo puede ser triturada, y pueden producirse copos. Estos copos pueden ser transferidos después a un secador rápido mediante un flujo de aire, en donde los copos de pulpa pueden ser secados en varias etapas. Después del secado, los copos de la composición pueden entrar en la primera prensa usando alimentadores de husillo, en donde pueden formarse balas. Después de esto, las balas pueden ser llevadas a una segunda prensa y empaquetadas después.

45 La Figura 1 muestra un procedimiento para fabricar una lámina de papel activada. La composición que comprende fibras termoplásticas y fibras celulósicas, que pueden estar en la forma de p.ej. una lámina o una bala, es suspendida después en agua u otro disolvente adecuado. La suspensión obtenida tiene una temperatura de

aproximadamente 30°C y una concentración de aproximadamente 4% en peso, tal como de 2 a 5% en peso. Pueden añadirse productos químicos de proceso y cargas adicionales, tales como caolín y tiza, a la suspensión obtenida, y también puede añadirse un agente hidrófobo y otros polímeros para aumentar la resistencia de la lámina (tales como almidón y CMC). Además, pueden añadirse pigmentos y agentes desespumantes, y también agentes de retención.

- 5 La suspensión puede ser purificada usando tamices. Después puede añadirse a la suspensión disolvente, tal como agua, que tendrá una concentración de 0,7 a 1,5% en peso. La composición se rocía después sobre el alambre de papel. El grosor de la lámina de papel puede ser controlado controlando la velocidad del alambre. Después a la lámina de papel se le puede retirar el agua sobre un alambre plano, y puede abandonar el alambre con un contenido de sólidos de 25%.
- 10 El tratamiento con calor puede realizarse por prensado en caliente, y puede realizarse sobre láminas de papel secas, así como húmedas. Si el prensado se realiza entre dos placas calientes, entonces las láminas de papel tienen que ser secadas en una estufa hasta que la lámina de papel esté completamente seca, p.ej. durante 15 minutos a aproximadamente 105°C, esto a fin de evitar la expansión de vapor y la deslaminación en la lámina de papel. El prensado en caliente de las láminas de papel húmedas puede realizarse entre dos alambres permeables al vapor, que permitirán que se libere vapor desde la lámina de papel sin causar la ruptura de la hoja por deslaminación. Adicionalmente, el nivel de prensado puede ajustarse y puede variar durante el ciclo del proceso, a fin de liberar vapor y proteger la estructura de la lámina.
- 15

A continuación se enumeran ejemplos no limitantes de condiciones para el prensado en caliente de una (1) lámina de papel seca que incorpora fibras termoplásticas con un punto de fusión de aproximadamente 170°C.

- 20 Temperatura de prensado: $180 \pm 5^\circ\text{C}$

Carga de prensado: $> 100 \text{ N/cm}^2$

Tiempo de prensado: 1 minuto

- 25 Si el número de láminas de papel aumenta o si el peso base de las láminas de papel aumenta, entonces el tiempo de prensado tiene que ser ajustado. Para una pila que contiene capas múltiples, p.ej. 20 láminas de papel secas con un peso base de 240 g/m^2 , el tiempo de prensado necesita ser más largo que 2 minutos, tal como 7 minutos. El tiempo de prensado depende del dispositivo de prensado usado y de la conducción de calor desde la placa caliente hasta la hoja, y también de la transferencia de calor dentro de la lámina de papel y de la composición de la lámina de papel. Cuando el ciclo de prensado se ha cumplido, las láminas de papel prensadas en caliente se enfrían. Opcionalmente, las láminas de papel pueden ser apiladas juntas en condición húmeda, usando por tanto alambres permeables al vapor que permiten la evacuación de vapor desde el artículo compuesto.
- 30

Las láminas de papel con mayor contenido de humedad requieren un tiempo de prensado más largo. Podrían usarse secuencias de prensado con diferentes niveles de presión y temperaturas de prensado para reducir el tiempo de prensado o para conseguir propiedades particulares.

Medida del rizo:

- 35 El equipo usado fue: Regla (mm), Pincitas (2 pares), Tablero de especímenes (tablero recubierto de terciopelo), Lupa con luz, Regla de cinta (mm) sobre tablero de terciopelo negro, Gráfica de Conversión de Rizo.

- 40 El procedimiento fue el siguiente: se seleccionaron al azar 10 grumos de fibras de muestras y se colocaron sobre el tablero de especímenes negro/blanco. Se usaron las pincitas para retirar 1 fibra de un grumo de fibra. El número de rizo primario en la fibra se contó y se registró. Usando el mismo filamento, se puso una pincita a cero y se midió cuidadosamente y se registró la longitud relajada. Esta era una fase relajada, con todo el rizo primario intacto, el rizo secundario se retiró. Usando el mismo filamento, un extremo del filamento se sostuvo con la pincita en cero y el otro extremo se extendió cuidadosamente con la pincita para retirar todo el rizo, sin estirar el filamento. La longitud extendida se midió hasta el mm más cercano.

El cálculo se realizó como sigue:

- 45 Longitud de fibra corta ("staple") o longitud extendida: la suma de longitudes extendidas se dividió por el número de resultados para obtener la longitud extendida media o longitud "staple" media (se convierte en pulgadas dividiendo la longitud "staple" media (mm) por 25,4).

Rizo por pulgada: La media de rizos se dividió por la longitud extendida media.

- 50 Ángulo de rizo: La media de longitudes relajadas se dividió por la media (mm) de longitudes extendidas (mm) y se usó una tabla de ángulos de rizo para obtener el ángulo de rizo.

La Figura 3 muestra la ondulación de una fibra. La fibra se representa como línea continua. La fibra tiene un ángulo de rizo α .

La Figura 4 muestra las propiedades de láminas de papel fabricadas por tres procedimientos de refinado diferentes y

tres concentraciones de PLA diferentes. El ensayo físico se realizó como se describe en el Ejemplo 2 más adelante. La formación se midió como se describe en este documento.

Las tres concentraciones de PLA diferentes se refieren a suspensiones acuosas de PLA que tienen una concentración de 10% en peso, 20% en peso y 30% en peso. El procedimiento denominado “Molino de pulpa” se refiere a la prueba donde el refinado se realizó solamente sobre pulpa celulósica durante la producción de la mezcla pulpa/PLA, mientras que “Molino de papel” se refiere a la prueba donde el refinado se realizó solamente sobre la mezcla pulpa/PLA.

Molino de pulpa:

El procedimiento denominado “Molino de pulpa” se refiere al refinado de pulpa kraft de madera blanda nunca secada a una concentración de 4% en peso, después de lo cual se mezcla con una disolución acuosa de fibras de PLA.

Se usaron fibras de PLA de 4 mm secas y se diluyeron en el agua, donde se produjo una suspensión al 4% de fibras de PLA. De manera similar, se produjo la suspensión de pulpa al 4% de una pulpa de celulosa nunca secada. El refinado se realizó solamente con pulpa de celulosa en el refinador de laboratorio LR 40. El aporte de energía para el refinado fue 100 kWh/t.

Las suspensiones se mezclaron en un mezclador y se les retiró el agua por centrifugación. La mezcla húmeda entera se transformó primero para formar trozos de aproximadamente 1 cm de ancho que se almacenaron en una cesta de secado grande de tal modo que la capa de trozos fue de 5 cm de alto. La cesta con pulpa en trozos se colocó después en una cámara de secado y se secó. El secado de la pulpa en trozos en la cámara de secado se realizó con el aire caliente a 90 °C y 50% Rh. Se hizo circular el aire caliente dentro de la cámara de secado y la temperatura y la Rh se controlaron automáticamente. El aire caliente se sopló desde la cara inferior de la cámara de secado, pasando a través de la cesta y los trozos de pulpa/PLA húmedos. El secado siguió su curso hasta que el contenido de humedad de la mezcla pulpa/PLA se redujo a 10%. Después del secado, se desintegró en el agua la mezcla pulpa/PLA hasta una consistencia de 4%, y se produjeron las láminas de papel húmedo en el formador de láminas Finnish según el procedimiento estándar descrito en SCAN-CM 26:99. El peso base de las láminas de papel producidas con dimensión 16,5x16,5 cm fue 100 g/m². Las láminas de papel húmedas se prensaron entre dos papeles secantes hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 40-50% dependiendo del refinado y el hinchamiento. Las láminas de papel prensadas se secaron sujetas a 23°C y 50% Rh 48 horas, y después de eso se prepararon para el prensado en caliente. Antes del prensado en caliente, las láminas de papel se secaron 15 minutos en una estufa a 105°C. Después de este secado, las láminas se prensaron en 7 minutos en una prensa de planos a una temperatura de 180°C y una presión de 200 N/cm². Las láminas de papel “activadas” con PLA fundido se enfriaron y se dejaron en un testlab a 23°C y 50% Rh hasta que se analizaron.

Molino de papel:

Se usaron fibras de PLA de 4 mm secas y se diluyeron en agua, ahí se produjo una suspensión al 4% de fibras de PLA. De manera similar, se produjo la suspensión de pulpa al 4% de una pulpa de celulosa nunca secada.

Las suspensiones se mezclaron en un mezclador y se les retiró el agua por centrifugación. La mezcla húmeda entera se transformó primero para formar trozos de aproximadamente 1 cm de ancho que se almacenaron en una cesta de secado grande de tal modo que la capa de trozos fue de 5 cm de alto. La cesta con pulpa en trozos se colocó después en una cámara de secado y se secó. El secado de la pulpa en trozos en la cámara de secado se realizó con el aire caliente a 90 °C y 50% Rh. Se hizo circular el aire caliente dentro de la cámara de secado y la temperatura y la Rh se controlaron automáticamente. El aire caliente se sopló desde la cara inferior de la cámara de secado, pasando a través de la cesta y los trozos de pulpa/PLA húmedos. El secado siguió su curso hasta que el contenido de humedad de la mezcla pulpa/PLA se redujo a 10%.

Después del secado, se desintegró en el agua la mezcla pulpa/PLA hasta una consistencia de 4%, y la mezcla entera se refinó en el refinador de laboratorio LR 40. El aporte de energía para el refinado fue 100 kWh/t.

Después del refinado, se diluyó la suspensión PLA/pulpa y se produjeron las láminas de papel húmedas en el formador de láminas Finnish según el procedimiento estándar descrito en SCAN-CM 26:99. El peso base de las láminas de papel producidas con dimensión 16,5x16,5 cm fue 100 g/m². Las láminas de papel húmedas se prensaron entre dos papeles secantes hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 40-50% dependiendo del refinado y el hinchamiento. Las láminas de papel prensadas se secaron sujetas a 23°C y 50% Rh 48 horas, y después de eso se prepararon para el prensado en caliente. Antes del prensado en caliente, las láminas de papel se secaron 15 minutos en una estufa a 105°C. Después de este secado, las láminas se prensaron en 7 minutos en una prensa de planos a una temperatura de 180°C y una presión de 200 N/cm². Las láminas de papel “activadas” con PLA fundido se enfriaron y se dejaron en un testlab a 23°C y 50% de Rh hasta que se analizaron.

El procedimiento a ser usado dependerá de las propiedades deseadas de la lámina de papel. Por ejemplo, cuando se desea una alta resistencia a la humedad, puede usarse el procedimiento de molino de pulpa en combinación con una concentración de PLA de 10% en peso.

La Figura 5 muestra las propiedades de una lámina de papel fabricada de acuerdo con el Ejemplo 2 descrito en la presente memoria. Se usaron fibras rizadas y no rizadas, respectivamente. Contrariamente a las expectativas, la lámina de papel que comprendía fibras de PLA no rizadas exhibió sustancialmente las mismas propiedades que la lámina de papel que comprendía fibras de PLA no rizadas, es decir, rectas.

5 Aspectos adicionales

También, la presente descripción se refiere a un procedimiento para fabricar una lámina de papel que comprende una matriz termoplástica y fibras de pulpa de celulosa y a láminas de papel fabricadas por dicho procedimiento. El procedimiento comprende las siguientes etapas:

- a) refinar pulpa;
- 10 b) mezclar la pulpa refinada de la etapa a) con fibras termoplásticas no refinadas;
- c) retirar el agua de la composición obtenida de la etapa b);
- d) secar la composición obtenida de la etapa c);
- e) suspender la composición obtenida de la etapa d) en un disolvente;
- f) formar la composición obtenida de la etapa e) hasta una lámina de papel y secar; y
- 15 g) calentar la lámina de papel obtenida de la etapa f) hasta la temperatura de fusión de la fibra termoplástica.

La lámina de papel obtenible por el procedimiento definido anteriormente o en lo sucesivo tiene una formación adecuada, resistencia a la humedad y permeabilidad al aire controlada. Se ha encontrado, sorprendentemente, que la magnitud de estas propiedades puede ser determinada seleccionando el grado de refinado. Adicionalmente, se ha encontrado, sorprendentemente, que la homogeneidad de la composición definida anteriormente o en lo sucesivo es mejor si el ángulo de rizo es alto y el número de rizo es bajo.

Además, en el procedimiento para fabricar una lámina de papel que comprende una matriz termoplástica y fibras de pulpa de celulosa definida anteriormente o en lo sucesivo, la etapa d) puede comprender tanto secar la composición obtenida de la etapa c) como formar la composición obtenida de la etapa c) hasta una lámina y secar dicha lámina. El disolvente usado en la etapa e) puede seleccionarse de agua. Según la presente descripción, también es posible secar la composición como copos, y estos copos son formados después hasta una bala.

El procedimiento para fabricar una lámina de papel que comprende una matriz termoplástica y fibras de pulpa de celulosa definida anteriormente o en lo sucesivo puede comprender una etapa adicional, que es que la composición obtenida de e) se refina antes de que sea formada hasta una lámina de papel y secada. Opcionalmente, la etapa g) comprende que la lámina de papel obtenida de la etapa f) puede ser calentada y prensada al mismo tiempo.

30 Adicionalmente, las fibras termoplásticas pueden tener una longitud de 2 a 6 mm y dicho ángulo de rizo que sea 98° o más.

La presente invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

Abreviaturas:

kg	kilogramo
m ³	metro cúbico
rpm	revoluciones por minuto
kWh	kilowatio hora
mm	milímetro
J/m	julios/metro
LDPE	polietileno de baja densidad
LLDPE	polietileno lineal de baja densidad
MDPE	polietileno de densidad media
HDPE	polietileno de alta densidad

TEA	adsorción de energía de tracción
TSI	índice de rigidez a la tracción
Nm/g	Newton metro por gramo
mNm ² /g	miliNewton metro cuadrado por gramo
µm/Pas	micrómetro por Pascal segundo
kPa	kilopascal
kJ/kg	kiloJulio por kilogramo
MNm/kg	megaNewton metro por kilogramo
Log10	logaritmo decimal
dtex	densidad de masa lineal de una fibra textil, que se define como la masa en gramos por 10.000 metros
CTMP	Pulpa qumio-termo-pecánica
TMP	pulpa termomecánica
Rh	humedad relativa
RH	humedad relativa

Ejemplo 1 - Fabricación de una lámina de papel

Se adquirieron fibras de PLA denominadas Trevira D260 en Trevira GmbH, Hattersheim, Alemania.

- 5 Se lavó pulpa kraft de madera blanda nunca secada y se refinó en un refinador de disco Voith LR40 a una concentración de 4% en peso. La energía de refinado específica fue variada de 0 a 150 kWh/ton y la carga borde específica fue 2 J/m. Después del refinado, la suspensión de pulpa se mezcló con de 0 a 50% de fibras de PLA (0 significa que la suspensión comprendía fibras celulósicas solamente, y esta muestra se usó como muestra de referencia) y se secó a 90°C y 50% RH hasta que se obtuvo un contenido de sólidos de 90%. En este documento, RH o Rh representan humedad relativa. Después del secado, se hicieron pequeñas balas de copos comprimiendo la
- 10 composición seca que comprendía fibras celulósicas y fibras de PLA revestidas en un molde de acero (10x20 cm) que tenía la prensa de 14 toneladas y la última con prensa de 35 toneladas.

La bala se disolvió en agua y se refinó de nuevo en un refinador de disco Voith LR40 a una concentración de 4% en peso. Antes del refinado, se desintegró la pulpa por circulación durante 10 minutos sin carga. El refinado se ajustó a una energía de refinado específica de 0 a 200 kWh/ton y la carga borde específica fue 2 J/m.

- 15 Todas las láminas de papel (refinadas por molino de pulpa y molino de papel) se hicieron en un formador de láminas Finnish según ISO 5269-1. Antes de que se produjeran las láminas de papel, la composición que comprendía las fibras celulósicas y fibras de PLA revestidas fue desintegrada en un formador de pulpa a 30.000 rpm a una concentración de 3%. Después de formar la pulpa, la composición se diluyó y se añadió la cantidad apropiada al formador de láminas, en donde se produjeron láminas húmedas (16,5x16,5 cm) que tenían un peso base de 100
- 20 g/m². Las láminas húmedas se cubrieron y se retiraron del alambre de papel. Después de la formación, las láminas húmedas se prensaron en dos rondas de 400 kPa (5,2 y 2,2 minutos) entre papeles secantes que fueron cambiados por papeles secantes secos entre los prensados. El contenido de sólidos de la lámina de papel húmeda después del prensado varió, y fue de 50 a 60% en peso. Estas láminas de papel se secaron durante al menos 3 días en una sala acondicionada a 23 °C y 50% RH.
- 25 Después del secado en las condiciones de la sala, las láminas de papel se secaron en una estufa en 15 minutos a 105 °C, seguido de prensado en caliente en una prensa de planos a 180°C de temperatura y 200 N/cm² de presión. Las láminas de papel obtenidas que comprendían fibras celulósicas y una matriz termoplástica se enfriaron a la temperatura ambiente.
- 30 Se usaron láminas de papel que comprendían fibras de pulpa de celulosa y matriz de polilactida (PLA) para el ensayo físico.

El ensayo físico se realizó según procedimientos estándar para ensayos del papel. El grosor se determinó según el estándar EN20534. Las medidas se llevaron a cabo con un micrómetro de precisión con una presión estática de 100 kPa y sobre una superficie de 200 mm². Con estos datos y el peso de la muestra se calculó la densidad superficial y

5 el gramaje del papel. La resistencia al desgarro se hizo con un medidor Lorentzen & Wettre de acuerdo con el método estándar EN 21 974, que usó muestras de 62x40 mm. La resistencia a la tracción (índice de tracción, TSI, TEA, alargamiento a la rotura (estiramiento)) de acuerdo con ISO 1924-3, dentro de tiras de papel de 15 mm, se analizaron mediante 100 mm/min de velocidad de deformación, y la distancia entre las abrazaderas fue 100 mm. Las medidas de resistencia a la humedad se hicieron según EN 12625-5 con 10 tiras y un medidor de tracción Roel Zwick. El empapamiento de las muestras se realizó durante 15 s, el alargamiento fue 50 mm/min y la distancia entre la abrazadera y la varilla fue 50 mm. La permeabilidad al aire se determinó de acuerdo con ISO 5636-5 (Gurly). El valor de retención de agua WRV se midió según SCAN-C 62:00, en donde 2 g de pulpa completamente seca se centrifugaron durante 10 minutos en 10.000 rpm. La resistencia Z se analizó según SCAN P90. La resistencia al plegado y la resistencia del plegado (Köhler-Molin) se analizaron según ISO 5626:1993 y la formación beta según el FA 11 701.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:
 - a) mezclar una suspensión de acuosa de pulpa refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas hasta una composición,
 - b) formar la composición hasta una hoja de fibras,
 - c) retirar el agua de la hoja de fibras,
 - d) secar la hoja de fibras, y
 - e) calentar y prensar la hoja de fibras seca de la etapa d) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.
2. Un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:
 - a) mezclar una suspensión de acuosa de pulpa refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas hasta una composición,
 - b) retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto intermedio,
 - c) secar el artículo compuesto intermedio,
 - d) suspender el artículo compuesto intermedio en agua,
 - e) formar el artículo compuesto intermedio obtenido de la etapa d) hasta una hoja de fibras y secar dicha hoja de fibras, y
 - f) calentar y prensar la hoja de fibras de la etapa e) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.
3. Un procedimiento para fabricar un artículo compuesto que comprende fibras de pulpa de celulosa y una matriz termoplástica a partir de un artículo compuesto intermedio que ha sido formado por las etapas de:
 - mezclar una pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas hasta una composición,
 - retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto intermedio, y
 - secar el artículo compuesto intermedio,en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:
 - a) suspender el artículo compuesto intermedio secado en agua;
 - b) formar el artículo compuesto intermedio obtenido de la etapa a) hasta una hoja de fibras y secar dicha hoja de fibras, y
 - c) calentar y prensar la hoja de fibras de la etapa b) para fundir dichas fibras termoplásticas hasta una matriz termoplástica y formar un artículo compuesto.
4. Un procedimiento según la reivindicación 2 o la reivindicación 3, que comprende además una etapa de refinado entre la etapa de suspender el artículo compuesto intermedio secado en agua y la etapa de formar el artículo compuesto intermedio hasta una hoja de fibras y secar dicha hoja de fibras.
5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la suspensión acuosa de pulpa tiene una concentración de 0,1% en peso a 4% en peso, preferiblemente de 1 a 4% en peso, y más preferiblemente de 3% en peso a 4% en peso.
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la pulpa de la suspensión de pulpa es pulpa de madera.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la pulpa de la suspensión de pulpa es pulpa de madera nunca secada.
8. Un procedimiento según la reivindicación 7, en donde la pulpa de madera nunca secada es pulpa de madera blanda nunca secada.

9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la suspensión en agua de fibras termoplásticas tiene una concentración de 2 a 5% en peso, preferiblemente de 3 a 4% en peso y más preferiblemente 3,5% en peso.
- 5 10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras termoplásticas son fibras de un termoplástico seleccionado del grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos y copolímeros o mezclas de los mismos.
11. Un procedimiento según la reivindicación 10, en donde las poliolefinas se seleccionan del grupo que consiste en polietileno y polipropileno.
- 10 12. Un procedimiento según la reivindicación 10, en donde los poliésteres se seleccionan del grupo que consiste en polihidroxibutirato (PHB) y poli(ácido láctico) (PLA).
13. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras termoplásticas son fibras de PLA.
14. Un artículo compuesto obtenible por una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 15 15. Un artículo compuesto según la reivindicación 14, caracterizado por que dicho artículo compuesto tiene una formación de 6 a 14, una permeabilidad al aire de 10 a 250 $\mu\text{m}/\text{Pas}$, y una resistencia a la humedad igual a o por encima de 2 Nm/g.
16. Un artículo compuesto según la reivindicación 14 o 15, en donde dicho artículo compuesto comprende de 5 a 70% en peso de matriz termoplástica.
- 20 17. Un artículo compuesto según la reivindicación 16, en donde dicho artículo compuesto comprende de 10 a 30% en peso de matriz termoplástica.
18. Un artículo compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, en donde la matriz termoplástica es una matriz de PLA.
19. Un producto que comprende un artículo compuesto fabricado de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 o como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18.
- 25 20. Uso de un artículo compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18 para fabricar una etiqueta, un cartel, una cartulina, un tablero de fibras, un mueble, un recipiente, un recipiente para alimentos, un laminado, un envase y un material compuesto.

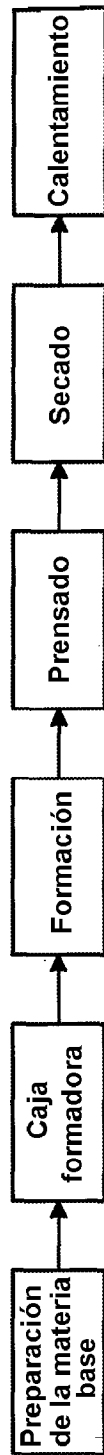


Fig. 1



Fig. 2

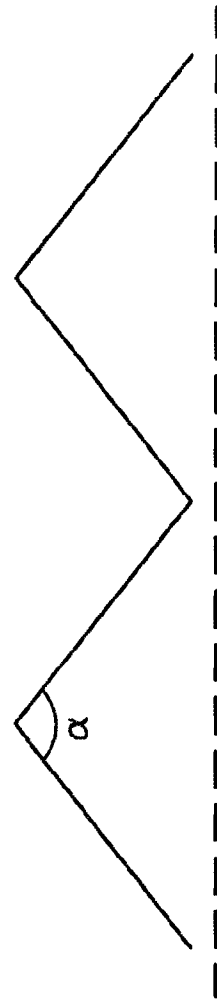


Fig. 3

PLA %	Refinado	Densidad kg/m ³	Índice de tracción Nm/g	Índice de desgarro mNm ² /g	Estiramiento %	Permeabilidad al aire µm/Pa s	Resistencia Z kPa	Formación	Resistencia a la humedad Nm/g	TEA kJ/kg	TSI MNm/kg	Plegado log 10
10	Molino de pulpa	605	57	15	5,2	31	775	6,9	10	2100	5,2	2,3
	Molino de papel	660	71	14	4,3	10	735	7,3	2	2150	6,3	3
30	Molino de pulpa	620	59	10	3,7	75	770	8	21	1500	5,5	1,7
	Molino de papel	640	64	9	2,8	15	730	9,5	12	1340	6,3	2,7
50	Molino de pulpa	705	51	5,4	2,7	190	680	9	33	900	4,6	1
	Molino de papel	685	48	5,4	1,6	24	630	11,5	21	500	5,2	2

Fig.4

Muestra	Fibra de PLA	Permeabilidad al aire (µm/Pas)	Densidad (kg/m ³)
1	Rizada	237	385
2	No rizada	212	394

Fig.5