

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 955 184**

51 Int. Cl.:

G01N 21/64

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.11.2018** **PCT/US2018/061999**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.05.2019** **WO19104031**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.11.2018** **E 18881688 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2023** **EP 3714256**

54 Título: **Método de medición de contaminantes en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel**

30 Prioridad:

21.11.2017 US 201762589261 P

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

29.11.2023

73 Titular/es:

SOLENIS TECHNOLOGIES, L.P. (100.0%)
3 Beaver Valley Road
Wilmington, Delaware 19803, US

72 Inventor/es:

SHAROYAN, DAVIT E.;
ZHANG, FUSHAN y
BARRETT, MATTHEW JOHN

74 Agente/Representante:

DÍAZ DE BUSTAMANTE TERMINEL, Isidro

ES 2 955 184 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 medición de contaminantes en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel

5 CAMPO TÉCNICO

La presente divulgación se refiere, en general, a un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un proceso de fabricación de papel. Más específicamente, esta divulgación se refiere a recolectar una imagen de partículas en un filtrado, analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas, e identificar y cuantificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros.

ANTECEDENTES

La detección, cuantificación y supervisión de la brea es muy importante para la fabricación de pasta papelera y papel. Si no se controlan eficazmente, las cantidades de brea pueden aumentar considerablemente en el proceso de fabricación de papel y provocar un mayor consumo de aditivos químicos, formación de depósitos en las superficies de los equipos de fabricación de papel, agujeros y otros defectos en el papel acabado.

Los contaminantes hidrófobos en la fabricación de pasta papelera y papel se pueden dividir en dos categorías: los de origen natural como la brea y los de origen sintético llamados impurezas pegajosas "*stickies*". Tanto la brea como las impurezas pegajosas pueden crear problemas de deposición y de fluidez. Sin embargo, existen diferencias significativas en esas especies.

La brea es un material pegajoso que se origina a partir de madera. La brea incluye ésteres de ácidos grasos y resínicos saponificables y especies no saponificables como betulina, beta-sitosterol, otros esteroides y alcoholes grasos. Las impurezas pegajosas son especies hidrófobas pegajosas que se originan principalmente en procesos de reciclaje. Las impurezas pegajosas incluyen especies hidrófobas de aglutinantes de recubrimiento, látex, ceras, adhesivos termofusibles, plásticos, tintas, etc. La brea y las impurezas pegajosas se diferencian no sólo por su origen sino también por el tamaño de sus partículas. Las impurezas pegajosas normalmente son más grandes y tienen tamaños de partículas de hasta 100 micrómetros.

Las partículas de brea son significativamente más pequeñas que las partículas de impurezas pegajosas y pueden tener tamaños de partícula tan bajos como 0,1 μm (brea coloidal), (véase, por ejemplo, la tabla 1 en G. Murray, K. Stack, D.S. McLean, W. Shen y G. Garnier: "Mechanism of pitch absorption on carboxymethyl dextran Surfaces", *Appita Journal*, V 62, No1, 2009 págs. 64-69). La brea disuelta o coloidal es relativamente estable en medios acuosos. Sin embargo, tras la aglomeración, el tamaño de las partículas de brea puede aumentar de 0,1 a 1,0 - 10 μm e incluso 20 μm . Mientras que la brea coloidal que tiene un tamaño de partícula entre 0,1 μm y 1,0 μm es estable, cuando ese tamaño es de 1,0 a 10 μm , las partículas de brea aglomerada pueden depositarse si no se fijan adecuadamente sobre fibras de celulosa. Por lo tanto, es importante poder detectar y contar partículas hidrófobas que tengan un tamaño de partícula de 1 a 10 μm .

Se han inventado diversos métodos para mediciones de los contaminantes hidrófobos en la pasta papelera y el papel. El documento US7067244 de Jiang et al divulga la aplicación de enzimas, específicamente lipasa, en la cuantificación del contenido de ácidos grasos libres en la pasta papelera o agua blanca. El contenido de ácidos grasos se mide hidrolizando los triglicéridos con una enzima, haciendo reaccionar los productos de hidrólisis con reactivos específicos para formar especies medibles y finalmente cuantificación de especies producidas espectrofotométricamente.

El documento US7842165 de Shevchenko et al divulga un método para supervisar la deposición de materiales orgánicos dispersos en un medio acuoso en un proceso de fabricación de papel midiendo la velocidad de deposición de los materiales orgánicos del medio acuoso en una microbalanza de cristal de cuarzo (QCM) que tiene un lado superior en contacto con el medio acuoso y un segundo lado inferior aislado del medio acuoso. El método detecta la acumulación de masa de deposición con el tiempo y puede detectar la disminución de la velocidad de deposición con la adición de tratamiento, por ejemplo, un tensioactivo.

El documento US6474354 de Garver et al describe un método que se puede utilizar para medir la propensión de los coloides a depositarse, a adsorber sustancias de una solución o a agregarse. Las partículas coloidales se caracterizan realizando mediciones sucesivas de atenuación o emisión de luz por una mezcla coloidal a dos o más temperaturas y a una o más longitudes de onda. La diferencia o relación de las mediciones a dos o más temperaturas proporciona una medida de la estabilidad coloidal con respecto a la temperatura.

El documento US8160305 de Laurint et al describe un aparato que se puede usar para medir la depositabilidad de partículas contaminantes mediante el uso de una película plástica recubierta con adhesivo. Cuando se coloca en

una corriente de fluido de pasta papelera o papel, la película recubierta puede recoger contaminantes y los contaminantes se pueden cuantificar tomando imágenes escaneadas y analizándolas con una técnica de análisis de imágenes.

- 5 El documento US5512137 de Yasubumi et al describe una lechada de pasta papelera que se hace pasar a través de una malla de alambre plano para formar una estera húmeda que luego se presiona contra una placa transparente plana y una imagen tomada con una cámara CCD en la que las impurezas se miden por unidad de área de la estera húmeda.

- 10 Hay muchos métodos descritos en la técnica sobre mediciones del tamaño de partículas y recuento de partículas. Muchos de estos métodos se basan en la detección de partículas hidrófobas mediante dispersión de luz y fluorescencia. Las muestras originales se tratan primero con una sonda fluorescente, que se adhiere a partículas hidrófobas tales como brea de madera e impurezas pegajosas. A continuación, las partículas teñidas pasan a través de la celda de flujo y se iluminan con un láser. La luz dispersa resultante se detecta proporcionando información sobre el tamaño y el recuento. Véase, por ejemplo, los documentos WO2016208225, US9562861, US7909963, US2010012284, todos los cuales usan fluorescencia para el análisis.

- 15 El documento WO2011072396 se refiere a un analizador automatizado en línea de macrocontaminantes y un método para analizar macrocontaminantes en pasta papelera.

El documento WO2013156147 se refiere a un método y un sistema para determinar de forma continua y automática niveles de impurezas pegajosas en un proceso para producir pasta papelera de fibra reciclada utilizando espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR) en combinación con uno o más formadores de láminas automatizados.

- 20 A pesar de la existencia de una variedad de métodos para la detección y cuantificación de brea y otras partículas hidrófobas, no existe un proceso fácil y directo disponible. El proceso puede depender de muchos parámetros, incluidos la temperatura, el pH, la calidad de la fibra, la calidad del agua, la presencia de otros contaminantes en el sistema, etc.

- 25 Se han usado varios métodos y técnicas para la detección y cuantificación de contaminantes hidrófobos. Sin embargo, algunos de esos métodos pueden ser bastante eficientes en la detección y cuantificación de impurezas pegajosas, pero no suficientes para la detección de partículas de brea aglomeradas. Esto puede atribuirse a las limitaciones del método en la detección del tamaño de partículas contaminantes. Para poder detectar y cuantificar brea aglomerada, el método debe poder detectar partículas de tamaño inferior a 20 micrómetros, típicamente inferior a 10 micrómetros.

- 30 Por lo tanto, sigue siendo necesario desarrollar un método que permita la detección, cuantificación y selección eficaces de agentes de control de brea eficaces. Además, otras características deseables de la presente divulgación resultarán evidentes a partir de la descripción detallada posterior de la divulgación y las reivindicaciones adjuntas, tomadas en conjunto con los dibujos adjuntos y estos antecedentes de la divulgación.

BREVE RESUMEN

- 35 Esta divulgación proporciona un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel que incluye las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas y recolectar una imagen de las partículas en un volumen medido del filtrado. El método también incluye las etapas de analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, y cuantificar varias de las partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado.

- 45 Esta divulgación también proporciona un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel que incluye las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas esféricas que tienen una circularidad de aproximadamente 0,66 o mayor o una relación de aspecto de aproximadamente 0,9 o mayor, y también un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros, recolectar una imagen de las partículas esféricas en un volumen medido del filtrado, analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar las partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros, y cuantificar un número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros en el volumen medido de filtrado.

- 55 Esta divulgación proporciona además un método de control de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un agua de proceso de fabricación de papel que incluye las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas, recolectar una imagen de las partículas en un volumen medido del filtrado, analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar partículas esféricas que

tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro y aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, cuantificar el número de las partículas esféricas en el volumen medido de filtrado, y añadir al menos un agente de control de contaminantes al sistema de fabricación de papel basándose en el número de partículas esféricas por unidad de volumen de filtrado.

5 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La presente divulgación se describirá a continuación junto con las siguientes figuras de los dibujos, en donde números iguales indican elementos similares, y

10 La figura 1 es un gráfico lineal del recuento total de partículas, el recuento de partículas esféricas y el recuento de partículas de tipo varilla en función de la adición de brea sintética soluble (ppm) evaluada a una lechada de pasta papelera celulósica.

La figura 2 es un gráfico de barras de recuentos de partículas de brea pequeñas esféricas en una caja de entrada y una bandeja en una configuración de fábrica de papel que utiliza polietilenglicol o talco modificado hidrófobamente para controlar los niveles de brea en agua blanca.

15 La figura 3 es un gráfico de barras adicional de recuentos de partículas de brea grandes y esféricas en una caja de entrada y una bandeja en una configuración de fábrica de papel que utiliza polietilenglicol o talco modificado hidrófobamente para controlar los niveles de brea en agua blanca.

La figura 4 es un gráfico de barras adicional de la concentración de todas las partículas en una caja de entrada y una bandeja en una configuración de fábrica de papel que utiliza polietilenglicol o talco modificado hidrófobamente para controlar los niveles de brea en agua blanca.

20 La figura 5 es un gráfico de barras del número de defectos del papel (pequeños agujeros) en función del producto de control de brea y la dosificación.

La figura 6 es un gráfico de correlación de recuentos de MVP y número de partículas hidrófobas esféricas en agua blanca de la caja de entrada.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

25 La siguiente descripción detallada es de naturaleza meramente ejemplar y no pretende limitar el método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un proceso de fabricación de papel. Además, no existe ninguna intención de quedar vinculado a ninguna teoría presentada en los antecedentes anteriores o en la siguiente descripción detallada. Las realizaciones de la presente divulgación se refieren, en general, a un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un proceso de fabricación de papel. En
30 aras de la brevedad, es posible que las técnicas convencionales relacionadas con dichos métodos no se describan en detalle en el presente documento. Además, las diversas tareas y etapas del proceso descritas en el presente documento pueden incorporarse a un procedimiento o proceso más completo que tenga etapas o funcionalidades adicionales que no se describen en detalle en el presente documento. En particular, diversas etapas en la fabricación de lechadas de pasta papelera o papel son bien conocidas y, por lo tanto, en aras de la brevedad, muchas etapas convencionales sólo se mencionarán brevemente en el presente documento o se omitirán por
35 completo sin proporcionar los detalles del proceso bien conocido.

Esta divulgación describe, en diversas realizaciones, el hallazgo inesperado y sorprendente de que los contaminantes hidrófobos tales como partículas de brea y microimpurezas pegajosas tienden a tener forma esférica y pueden supervisarse y cuantificarse detectando partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1
40 a aproximadamente 20 micrómetros. Esto produce resultados que son superiores a lo que de otro modo se esperaría. El método de esta divulgación es útil para los fabricantes de papel para el diagnóstico y la prevención de deposiciones, y la optimización del tratamiento de control de contaminantes.

Esta divulgación proporciona un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel. La lechada de pasta papelera o el sistema de fabricación de papel
45 puede ser cualquiera conocido en la técnica y no está particularmente limitado. Las lechadas de pasta papelera pueden estar basadas, por ejemplo, en pasta papelera virgen, pasta papelera destintada (DIP), pasta papelera Kraft sin blanquear (UBK), pastas papeleras mecánicas tales como pasta papelera termomecánica (TMP), pastas papeleras mecánicas semiquímicas como semiquímicas de sulfito neutro (NSSC), contenedores corrugados antiguos (OCC), periódicos recuperados, pañuelos de papel recuperados u otras fuentes de fibra.

50 En una realización, el método permite la optimización de los tratamientos de eliminación de brea para reducir y eliminar las deposiciones relacionadas con brea u otros contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel. La supervisión de la brea y su eliminación eficaz son importantes para los procesos de fabricación de papel. Si no se eliminan del proceso, los contaminantes hidrófobos, tales como la brea, pueden crear depósitos en las superficies de las máquinas de fabricación de papel y provocar agujeros y otros
55 defectos en el papel acabado.

Como se mencionó por primera vez anteriormente, los contaminantes pueden ser de diversos tipos, incluyendo brea e impurezas pegajosas. La brea normalmente se origina a partir de madera, mientras que las impurezas pegajosas se originan en otras fuentes, incluidos los procesos de reciclaje. Las partículas de brea típicamente son más difíciles de detectar que las impurezas pegajosas porque tienden a ser más pequeñas, por ejemplo, menos de 20 micrómetros de tamaño, por ejemplo, de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros de tamaño. Las impurezas pegajosas tienden a tener un tamaño superior a aproximadamente 20 micrómetros. Por consiguiente, esta divulgación se refiere, típicamente, a la detección y minimización de partículas de brea. Sin embargo, las microimpurezas pegajosas que tienen tamaños de partículas de menos de aproximadamente 20 micrómetros también pueden ser un foco de esta divulgación. En otras palabras, esta divulgación también se puede utilizar para detectar y minimizar la presencia de microimpurezas pegajosas. El intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros tiende a ser importante porque las partículas de brea pueden existir en formas coloidales con tamaños tan bajos como de aproximadamente 100 a aproximadamente 400 nanómetros. En estos tamaños, las partículas de brea tienden a ser estables y tienden a no afectar negativamente al proceso de fabricación de papel. Sin embargo, cuando las partículas de brea se aglomeran y forman partículas más grandes, por ejemplo, aquellas que tienen un tamaño de aproximadamente 10 o aproximadamente 20 micrómetros, pueden causar problemas, como se describió en primer lugar anteriormente. Por ejemplo, estas partículas pueden adherirse a la superficie de las máquinas de fabricación de papel o formar agujeros en el papel acabado. Las partículas de brea y las microimpurezas pegajosas tienden a tener forma esférica, como se describe con mayor detalle a continuación.

En otra realización, la divulgación proporciona un método de detección y cuantificación de contaminantes hidrófobos en procesos de fabricación de pasta papelera y papel que comprende las etapas de recoger muestras acuosas, tales como lechadas celulósicas o de pasta papelera, procesar agua de un proceso de fabricación de papel, agua residual o agua efluente de una proceso de fabricación de papel, filtrar una muestra a través de un filtro para eliminar fibra celulósica y otras partículas grandes (por ejemplo, que tienen un tamaño de aproximadamente 20 micrómetros o más), recoger un filtrado, recolectar imágenes de partículas en un volumen fijo del filtrado, identificar aquellas partículas que tienen forma esférica y cuantificar el número de partículas esféricas en el filtrado (partículas contaminantes hidrófobas).

En una realización adicional, el método permite la detección y cuantificación de contaminantes hidrófobos, tales como brea, identificando y midiendo el número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros en una muestra acuosa de un proceso de fabricación de papel. El método es particularmente útil para los fabricantes de papel en términos de diagnóstico y prevención de la deposición de brea, selección y optimización de tratamientos de control de brea.

En otra realización, la divulgación proporciona un método de control de brea y otros pequeños contaminantes hidrófobos que comprende las etapas de recoger muestras acuosas de una fábrica de papel, tales como lechadas celulósicas o de pasta papelera, procesar agua de un proceso de fabricación de papel, agua residual o agua efluente de un proceso de fabricación de papel, filtrar la muestra a través de un filtro para eliminar fibra celulósica y otras partículas grandes (por ejemplo, que tienen un tamaño de aproximadamente 20 micrómetros o más), recoger el filtrado, recolectar imágenes de partículas en un volumen fijo de filtrado, identificar aquellas partículas que tienen forma esférica y cuantificar el número de partículas esféricas en el filtrado (partículas contaminantes hidrófobas), y ajustar la dosis de agentes de control añadidos al sistema de fabricación de papel basándose en el número de partículas esféricas por unidad de volumen de filtrado.

En una realización adicional, la divulgación proporciona un método de medición de contaminantes hidrófobos en lechada de pasta papelera o sistema de fabricación de papel, que comprende las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado, recolectar imágenes de las partículas en un volumen medido del filtrado, analizando la imagen para determinar el tamaño y la morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, y cuantificar el número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado.

La divulgación también proporciona un método de control de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un agua de proceso de fabricación de papel, que comprende proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado, recolectar imágenes de las partículas en un volumen medido del filtrado, analizar la imagen para determinar el tamaño y la morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, cuantificar el número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, y añadir al menos un agente de control de contaminantes al sistema de fabricación de papel basándose en el número de partículas esféricas por unidad de volumen de filtrado.

En diversas realizaciones, el método incluye la etapa de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel. La muestra acuosa de la fábrica de papel puede ser cualquiera conocida en la técnica y puede tomarse de cualquier

parte de la fábrica de papel, tal como en una caja de entrada o bandeja o material grueso o corriente de efluente o proceso de fabricación de pasta papelera. Una muestra acuosa de una fábrica de papel puede ser una lechada celulósica de agua de proceso recogida de la fabricación de pasta papelera o de papel, agua de proceso de fabricación de papel, agua residual o agua efluente.

- 5 El método también incluye típicamente la etapa de filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas. La etapa de filtrar tampoco está particularmente limitada y puede describirse además filtrando a través de un filtro, por ejemplo, un filtro de 25 micrómetros. El objetivo de la etapa de filtrado es eliminar partículas más grandes de modo que el presente método pueda identificar y cuantificar de manera más eficiente y eficaz las partículas de interés. Por ejemplo, la muestra se filtra para eliminar toda o la mayor parte de la
- 10 fibra celulósica antes del análisis. Esto evita que se obstruyan los capilares del instrumento de medición. La etapa de filtración produce el filtrado que típicamente incluye finos (tales como pequeñas fibras celulósicas), cargas (por ejemplo, cristales de carbonato de calcio, bentonita, talco o aditivos minerales), partículas de brea, microimpurezas pegajosas, etc. Las partículas de brea y las microimpurezas pegajosas generalmente se consideran contaminantes. A continuación se describen diversos tipos de partículas.
- 15 Los filtrados de muestras de fábricas de papel contienen partículas de muchas formas diferentes: esféricas o elipsoidales, en forma de varilla o fibra, amorfas y cristalinas. Los contaminantes hidrófobos descritos en el presente documento incluyen brea. El método de esta divulgación descubrió que las partículas de brea y las microimpurezas pegajosas tienen forma esférica. De manera similar, el método también descubrió que las fibras celulósicas y los finos tienen forma de varilla y las partículas de carga tienen forma cristalina.
- 20 También se descubrió que el contenido de brea en los filtrados de agua de fábrica de papel se correlaciona con el número total de partículas esféricas dentro de un intervalo de tamaño de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 μm , típicamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 μm o de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros. Contando el número de partículas esféricas en el intervalo de tamaño especificado (por ejemplo, de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 micrómetros o típicamente de aproximadamente 1 a aproximadamente
- 25 10 micrómetros o de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros), se puede cuantificar la cantidad de brea u otros contaminantes hidrófobos pequeños en la muestra de fábrica de papel y hacer los ajustes apropiados a los niveles de tratamiento de control de contaminantes o brea. En otras palabras, el método de esta divulgación permite la medición y el tratamiento/control final de los niveles de contaminantes en diversos procesos. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.
- 30

A lo largo de esta divulgación, se contempla que las partículas esféricas pueden tener un tamaño de aproximadamente 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 o 20 micrómetros o cualquier intervalo de los mismos. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.

- 35 El método incluye además típicamente la etapa de recolectar una imagen de las partículas en un volumen medido del filtrado. La imagen se puede recolectar usando cualquier método conocido en la técnica. Por ejemplo, se puede usar cualquier tipo de cámara o sistema de formación de imágenes, incluidos los que utilizan un microscopio.

- 40 El método también incluye típicamente la etapa de analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado. Aunque hay diversas formas de partículas en el filtrado, son las partículas esféricas las que se correlacionan con la cantidad de brea en la muestra. La etapa de analizar puede definirse además como diferenciar partículas esféricas de partículas no esféricas. Existen diferentes formas de diferenciar las partículas esféricas de las no esféricas. Un ejemplo es contar partículas con una relación de aspecto específica, donde la relación de aspecto de una partícula esférica perfecta es igual o cercana a 1,0. Para la presente divulgación, una relación de aspecto superior a aproximadamente 0,7 se considera circular o esférica, típicamente la relación de aspecto es superior a 0,9. La relación de aspecto se define como la relación entre la anchura y la altura de una imagen. La forma alternativa podría ser el coeficiente de circularidad, en donde el coeficiente de circularidad de partículas esféricas es igual o cercano a 1,0. Las partículas con una circularidad de 0,5 o mayor, típicamente 0,66 y mayor, se cuentan como circulares para esta divulgación. Una forma de definir la circularidad es calcular el perímetro de la partícula medida y el área en donde la circularidad es la inversa de la compacidad y la fórmula es $(4 \times \pi \times \text{Área}) / \text{Perímetro}$ (definición de parámetro de Flowcam Imaging Technology). Los ejemplos a continuación demuestran la aplicabilidad del método en ensayos en laboratorio y en fábricas de papel. Los contaminantes hidrófobos también pueden incluir microimpurezas pegajosas que tienen un tamaño de entre 1 y 10 micrómetros. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.
- 45
- 50

- 55 Además, el método incluye típicamente la etapa de identificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado. En los métodos anteriores, el tamaño de partículas esféricas medido puede ser de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros o de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros. La etapa de identificación puede definirse además como identificación basada en circularidad y/o relación de aspecto. La etapa de identificación se puede completar usando herramientas de software para analizar la imagen. Este software puede proporcionarse con
- 60

la tecnología de formación de imágenes o el aparato de formación de imágenes y puede ser cualquiera conocido en la técnica. Por ejemplo, el software puede analizar la imagen y determinar qué partículas tienen forma esférica, el tamaño de partícula, la circularidad de partícula, la relación de aspecto de partícula, etc. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.

En una realización, las partículas esféricas tienen una circularidad de aproximadamente 0,5 o mayor. En otra realización, las partículas esféricas tienen una circularidad de aproximadamente 0,66 o mayor. En otra realización, las partículas esféricas tienen una relación de aspecto de aproximadamente 0,7 o mayor. En una realización adicional, las partículas esféricas tienen una relación de aspecto de aproximadamente 0,9 o mayor. En otra realización más, el tamaño de las partículas esféricas es de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros. En otra realización, el tamaño de las partículas esféricas es de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.

El método también incluye la etapa de cuantificar un número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado. Típicamente, la brea o la pequeña carga contaminante hidrófoba se cuantifica midiendo el número de partículas dentro de un intervalo de tamaño específico y con una morfología específica en una muestra acuosa de una fábrica de papel. La etapa de cuantificar puede definirse además como cuantificar basándose en circularidad y/o relación de aspecto.

Una o más de las etapas mencionadas anteriormente pueden implicar utilizar/recolectar una imagen o más de una imagen. Típicamente, se recopilan, analizan e identifican más de una imagen y a continuación se usan para cuantificar las partículas.

Una cualquiera o más de las etapas mencionadas anteriormente de formación de imágenes, identificación, cuantificación, etc., se pueden realizar usando herramientas de software. Este software puede proporcionarse con la tecnología de formación de imágenes o el aparato de formación imágenes y puede ser cualquiera conocido en la técnica. Por ejemplo, el software puede ser capaz de analizar la imagen y cuantificar las partículas basándose en qué partículas tienen una forma esférica, el tamaño de partícula, la circularidad de partícula, la relación de aspecto de partícula, etc.

Un ejemplo de una tecnología útil en la divulgación es la microscopía de imágenes de flujo, por ejemplo, disponible de Fluid Imaging Technology. El instrumento usado puede describirse como un analizador de partículas por formación de imágenes de flujo. Esta tecnología combina los beneficios de la formación de imágenes digitales, la citometría de flujo y la microscopía en un solo instrumento para permitir una medición rápida y sencilla del tamaño y la forma de partículas microscópicas en un medio fluido. Un analizador de partículas por formación de imágenes de flujo realiza tres funciones, todo en un solo instrumento. El analizador de partículas por formación de imágenes de flujo examina un fluido bajo un microscopio, toma imágenes ampliadas de las partículas dentro de ese fluido y caracteriza las partículas usando una variedad de mediciones. Más específicamente, un sistema de fluidos usa una bomba de jeringa controlada por ordenador de ultra alta precisión para extraer una muestra de fluido a través de una celda de flujo perpendicular a una trayectoria óptica. El sistema óptico es similar a un microscopio y se usa para capturar imágenes en tiempo real de las partículas del fluido a medida que pasan a través de una celda de flujo.

En esta divulgación se puede usar cualquier tipo de microscopía por formación de imágenes de flujo o analizador de partículas por formación de imágenes de flujo conocido en la técnica. En diversas realizaciones no limitantes, se utilizan analizadores de partículas por formación de imágenes de flujo disponibles en el mercado de Fluid Imaging Technology y están diseñados como FlowCAM V-SB-1, que es un modelo de mesa, y FlowCAM PV-100, que es un modelo portátil de mesa. Además, se puede usar cualquier software conocido en la técnica, incluido, pero sin limitación, el software de análisis VisualSpreadsheet integrado proporcionado por Fluid Imaging Technology.

Además, en diversas realizaciones no limitantes, se contempla expresamente que el método de esta divulgación puede incluir una o más etapas de método, parámetros de proceso, componentes o aparatos como se describe en la publicación titulada "The Ultimate Guide to Flow Imaging Microscopy" publicada por Fluid Imaging Technologies, Inc. de Scarborough, Maine. La totalidad de este documento se incorpora expresamente en el presente documento como referencia en diversas realizaciones no limitantes.

El método de esta divulgación, por ejemplo, usando microscopía por formación de imágenes de flujo, detecta y cuantifica eficazmente partículas pequeñas de 1 μm a 3000 μm , específicamente de 1 a 20 μm , más específicamente de 1 a 10 μm . El método se basa en la recolección de imágenes microscópicas de alta resolución de partículas en un flujo a través de un capilar a una velocidad muy rápida, por ejemplo, hasta 10.000 imágenes por minuto. La microscopía por formación de imágenes de flujo proporciona una distribución del tamaño de las partículas y una foto y datos de cada partícula medida. La microscopía por formación de imágenes de flujo puede proporcionar información no sólo sobre el tamaño y el recuento de las partículas, sino también sobre la forma de las mismas. Es capaz de diferenciar la morfología, la curvatura, el alargamiento y la relación longitud/anchura, etc., de la forma de las partículas, identificando así la partícula esférica que se correlaciona con la brea en el sistema. La microscopía

por formación de imágenes de flujo no solo proporciona el tamaño y el recuento de las partículas, sino también la forma/morfología de las mismas. Determinar la forma/morfología es importante porque se descubrió que la brea y las microimpurezas pegajosas tienden a tener forma esférica. Determinar la forma/morfología permite cuantificar el contenido de brea y microimpurezas pegajosas y posteriormente determinar etapas de acción adicionales.

- 5 Una vez que se la realizado la determinación de la cantidad de brea u otros pequeños contaminantes hidrófobos presentes, se puede añadir un agente de control de contaminantes o de brea para reducir o eliminar el contaminante o la brea del sistema. El agente de control de contaminantes o de brea puede ser un agente dispersante o un agente fijador. Se puede utilizar cualquier agente de control de contaminantes o agente de control de brea conocido.

- 10 Los agentes fijadores son generalmente polímeros catiónicos altamente cargados. Los ejemplos incluyen, pero sin limitación, cloruro de polidialildimetilamonio (Polydadmec), poliaminas, poliacrilamidas catiónicas, dimetilaminopropilacrilamida cuaternizada con cloruro de metilo (Polydimapa), polietilenimina o combinaciones de los mismos. Los agentes dispersantes generalmente comprenden polímeros modificados hidrófobamente, los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, polietilenglicoles modificados hidrófobamente, aminoamidas modificadas hidrófobamente, éter de hidroxietilcelulosa modificado hidrófobamente (HMHEC) y combinaciones de los mismos.
- 15 Los posibles agentes de control de brea incluyen, pero sin limitación, Detac™ DC779F, Detac™ 786C, Detac™ DC7225, Detac™ DC7445E y Perform™ PC8229, todos disponibles de Solenis LLC (Wilmington, Delaware, EE. UU.). En una realización, el agente de control de contaminantes o agente de control de brea es polietilenglicol modificado hidrófobamente. En otra realización, el agente de control de contaminantes o agente de control de brea es cloruro de polidialildimetilamonio, es decir, PolyDADMAC.

- 20 La cantidad de agente de control de brea añadido al sistema de fabricación de papel se puede ajustar basándose en la cantidad de brea medida mediante el método de la divulgación. El agente de control de brea se añade generalmente en cualquier cantidad de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 12 libras, aproximadamente 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 libras, o típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 7,0 libras, cada una por tonelada de materia prima seca o pasta papelera seca. La cantidad de agente de control de contaminantes
- 25 añadido al sistema de fabricación de papel puede ser de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 12 libras, aproximadamente 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 libras, o típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 7,0 libras, cada una por tonelada de materia prima seca o pasta papelera seca. El agente de control de contaminantes puede incluir un agente dispersante o un agente fijador. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.
- 30

- En diversas realizaciones, el método se puede usar para optimizar los niveles de tratamiento de agentes de control de contaminantes, agentes dispersantes, agentes fijadores, etc. En otras realizaciones, el método se puede usar para evaluar la eficacia de diferentes tratamientos para minimizar la brea, las microimpurezas pegajosas y/u otros contaminantes, por ejemplo, mediante el uso de agentes de control de contaminantes, agentes dispersantes, agentes fijadores, etc.
- 35

Realizaciones adicionales:

- Esta divulgación también proporciona un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel en donde el método incluye las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende
- 40 partículas esféricas que tienen una circularidad de aproximadamente 0,66 o mayor o una relación de aspecto de aproximadamente 0,9 o mayor, y también un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros, recolectar una imagen de las partículas esféricas en un volumen medido del filtrado, analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas esféricas en el volumen medido de filtrado, identificar las partículas esféricas que tienen el tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros, y cuantificar un
- 45 número de las partículas esféricas que tienen el tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros en el volumen medido de filtrado. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.

- Este método proporciona además un método de control contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un agua de proceso de fabricación de papel en donde el método incluye las etapas de proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel, filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas, recolectar una imagen de las partículas en un volumen medido del filtrado, analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado, identificar partículas
- 50 esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro y aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, cuantificar el número de partículas esféricas en el volumen medido de filtrado y añadir al menos un agente de control de contaminantes al sistema de fabricación de papel basándose en el número de partículas esféricas por unidad de volumen de filtrado. En diversas realizaciones no limitantes, todos los valores e intervalos de valores, incluidos y entre los establecidos anteriormente, se contemplan expresamente para su uso en el presente documento.
- 55

EJEMPLOS

Las muestras de los ejemplos se evalúan usando microscopía por formación de imágenes de flujo con un analizador de partículas por formación de imágenes de flujo que está disponible en el mercado de Fluid Imaging Technology. Más específicamente, se usa un analizador de partículas por formación de imágenes de flujo FlowCAM V-SB-1 y/o FlowCAM PV-100. Los datos se analizan usando el software de análisis VisualSpreadsheet integrado proporcionado por Fluid Imaging Technology. Los métodos estándar proporcionados por Fluid Imaging Technology como parte del software mencionado anteriormente se utilizan para producir los datos que se exponen a continuación y en las figuras.

Ejemplo 1:

Se prepararon varias muestras utilizando pasta papelera Kraft blanqueada y brea sintética. La brea sintética se preparó mezclando ácido oleico, ácido abeítico y resina Pamak TP. Se preparó una lechada de pasta papelera Kraft blanqueada con una consistencia del 0,5 %. Se añadió una cantidad conocida de brea sintética a la lechada y a continuación la lechada se filtró a través de un filtro de 25 micrómetros.

Las muestras incluyeron un control (filtrado de lechada de pasta papelera Kraft sin brea adicional), dos muestras con el mismo filtrado provisto de 50 ppm y 200 ppm de brea sintética adicionales, respectivamente, y dos muestras adicionales de filtrado y 50 ppm de brea y tratadas adicionalmente con tratamiento A (polietilenglicol modificado hidrófobamente) y tratamiento B (cloruro de polidialildimetilamonio, es decir, PolyDADMAC). El tratamiento A es un agente dispersante mientras que el tratamiento B es un polímero fijador.

La evaluación de estas muestras muestra que el recuento total de partículas aumenta con la adición de brea (control frente a muestras con 50 y 200 ppm de brea). La adición de un agente dispersante tal como el tratamiento A (polietilenglicol modificado hidrófobamente) disminuye significativamente el número de partículas ya que una gran parte de las partículas reduce su tamaño por debajo de un límite de detección de 2 micrómetros. La adición de un agente fijador tal como el tratamiento B (cloruro de polidialildimetilamonio, es decir, PolyDADMAC) da como resultado una disminución del número de partículas más pequeñas y un aumento del número de partículas más grandes (10 micrómetros o más). Estos resultados se exponen en la tabla 1 a continuación.

La tabla 1 establece la distribución del tamaño de partículas con la adición de brea soluble y agentes de control de brea.

TABLA 1

Muestra/Tratamiento	Recuento total de partículas	Recuento de partículas 2-10 µm	Recuento de partículas 10-20 µm	Recuento de partículas 20-40 µm
Control	6267	1447	56	6
50 ppm de brea	15854	3721	104	11
200 ppm de brea	38400	16337	817	240
50 ppm de brea + 60 ppm de tratamiento A	1172	384	4	0
50 ppm de brea + 75 ppm de tratamiento B	8358	2394	157	40

Se analizó el mismo conjunto de muestras para contar el número de partículas "esféricas" y en forma de "varilla", comprobando las tendencias en las muestras con diferente carga de brea adicional (0, 50 y 200 ppm). En estos estudios, las partículas con una relación de aspecto de 0,9 o más se contaron como "esféricas" y las de menos de 0,2 se contaron como partículas con forma de "varilla". El análisis de los resultados (para un intervalo de 2 a 10 µm) muestra que la cantidad de partículas "esféricas" crece con un aumento en la carga de brea. Estos resultados se exponen en la tabla 1B a continuación y también en la figura 1. La tabla 1B establece el recuento de partículas totales, esféricas y de tipo varilla dentro del intervalo de 2 a 10 micrómetros.

TABLA 1B

Muestra/Tratamiento	Recuento total	Partículas esféricas	Partículas en forma de varilla
Control	1447	114	784
50 ppm de brea	3721	1354	1949
200 ppm de brea	16337	8115	2645
50 ppm de brea + 60 ppm de tratamiento A	384	84	87
50 ppm de brea + 75 ppm de tratamiento B	2394	21	1631

Al comparar muestras con 50 ppm de brea añadida y 200 ppm de brea añadida, se descubrió que el número de partículas esféricas se multiplica por seis y a continuación disminuye drásticamente con los tratamientos químicos. A diferencia de las partículas esféricas, el número de partículas del tipo "varilla" no cambia apreciablemente con un mayor contenido de brea. La comparación de la muestra de adición de 50 ppm de brea con la muestra de adición de 200 ppm de brea muestra que la curva para el recuento de partículas en forma de "varilla" permanece plana, por ejemplo, como se muestra en la figura 1. Las morfologías de forma "esférica" y de "varilla" pueden asociarse con brea y fibra, respectivamente. Por lo tanto, la forma y el recuento de partículas se pueden usar en la supervisión y la cuantificación de brea.

Ejemplo 2:

Hay varias formas de definir y contar el número de partículas esféricas en los filtrados de pasta papelera. Se mezclaron muestras de pasta papelera, procedentes de diferentes fábricas, con brea sintética. Las lechadas resultantes se filtraron a través de un filtro de 25 micrómetros y los filtrados se analizaron en cuanto al número de partículas esféricas. En este conjunto de muestras, las partículas "esféricas" se contaron usando un parámetro de "circularidad". Las partículas con circularidad de 0,66 o más se contaron como esféricas. Los resultados de este análisis se exponen a continuación en la tabla 2. La tabla 2 incluye un recuento de partículas esféricas dentro de un intervalo de 2 a 5 micrómetros usando un parámetro de circularidad de 0,66 y mayor.

TABLA 2

Numero de muestra	Descripción de la muestra	N.º de partículas esféricas
1	Filtrado de pasta papelera Kraft	27.300
2	Filtrado de pasta papelera Kraft + 50 ppm de brea	49.500
3	Filtrado de pasta papelera Kraft + 200 ppm de brea	93.000
4	Filtrado de pasta papelera Kraft + 50 ppm de brea + 60 ppm de tratamiento A	5.300
5	Filtrado de pasta papelera Kraft + 50 ppm de brea + 75 ppm de tratamiento B	6.900

Con un aumento en el contenido de brea sintética, el número de partículas aumenta cerca de 2 y 4 veces, respectivamente. La adición de tratamientos químicos da como resultado fuertes descensos. La adición de un agente dispersante da como resultado que el número de partículas disminuya debido a la formación de partículas más pequeñas que tienen un tamaño menor que el límite de detección, de modo que parece que las partículas "desaparecen" del filtrado investigado. En el caso de la adición de un producto polimérico fijador, el número de partículas disminuye drásticamente debido a la formación de grupos más grandes, generalmente complejados con especies con forma de fibra.

Ejemplo 3:

En una fábrica de papel, se utilizó polietilenglicol modificado hidrófobamente para controlar los niveles de brea en el

agua blanca. Se supervisaron partículas esféricas pequeñas (2-5 micrómetros) y grandes (5-10 micrómetros) tanto en el agua de la caja de entrada como en el de la bandeja. Las partículas con circularidad de 0,66 o más se contaron como esféricas. Estos resultados se exponen en las tablas 3, 4 y 5 y en las figuras 2, 3 y 4.

- 5 Los datos indican que, con la reducción gradual de la dosis de tratamiento con polietilenglicol modificado hidrófobamente de 12 libras/tonelada a 4 libras/tonelada, el número de partículas esféricas, tanto pequeñas como grandes, disminuye hasta un mínimo en aproximadamente un nivel de tratamiento de 5 libras/tonelada. La tabla 3 y la Figura 2 incluyen recuentos de partículas de brea pequeñas y esféricas (2-5 micrómetros) en filtrados de caja de entrada y de bandeja.

TABLA 3

Numero de muestra	Tratamiento/Dosificación	N.º de partículas, caja de entrada	N.º de partículas, bandeja
1	12 libras/tonelada -Talco	47168	13104
2	12 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	48133	48085
3	9 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	15895	22566
4	5 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	11389	5302
5	4 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	18346	13745

10

La tabla 4 y la figura 3 incluyen recuentos de partículas de brea esféricas grandes (5-10 micrómetros) en filtrados de caja de entrada y de bandeja.

TABLA 4

Numero de muestra	Tratamiento/Dosificación	N.º de partículas, caja de entrada	N.º de partículas, bandeja
1	12 libras/tonelada -Talco	1505	388
2	12 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	1601	2243
3	9 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	631	1325
4	5 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	781	501

Numero de muestra	Tratamiento/Dosificación	N.º de partículas, caja de entrada	N.º de partículas, bandeja
5	4 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	1567	1010

La tabla 5 y la figura 4 incluyen una concentración de todas las partículas en los filtrados de caja de entrada y de bandeja.

TABLA 5

Numero de muestra	Tratamiento/Dosificación	N.º de partículas, caja de entrada	N.º de partículas, bandeja
1	12 libras/tonelada -Talco	262982	62599
2	12 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	203706	208601
3	9 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	107425	109297
4	5 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	781	20433
5	4 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	57245	55364

5

Al supervisar el número de partículas esféricas, se puede optimizar (reducir o aumentar) la dosis del tratamiento químico. También es posible comparar eficiencias de diferentes tratamientos (como talco frente a polietilenglicol modificado hidrófobamente) utilizando el método de esta divulgación.

10 También se recopilaron datos adicionales de agujeros pequeños para cada intervalo de dosificación probado. Los datos de agujeros pequeños consolidados para la dosificación se exponen en la tabla 6 y la figura 5. El uso de un producto de control de brea dio como resultado una disminución en el número de agujeros. Por tanto, se puede usar una técnica de recuento de partículas esféricas para optimizar la dosificación de productos de control de brea para minimizar el número de agujeros y otros defectos en el papel en formación. Se teoriza que a 12 libras/tonelada de polietilenglicol modificado hidrófobamente las partículas se reducen de tamaño por debajo del límite de detección del equipo. La tabla 6 muestra la relación entre el número de defectos del papel (agujeros pequeños) en el producto de control de brea y la dosificación.

15

TABLA 6

Numero de muestra	Tratamiento/Dosificación	Número de agujeros pequeños
1	12 libras/tonelada -Talco	219
2	12 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	53
3	9 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	174
4	5 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	144
5	4 libras/tonelada - polietilenglicol modificado hidrófobamente	27

Ejemplo 4:

5 Se midieron concentraciones de partículas esféricas de 2 a 5 micrómetros en muestras de agua de fábrica de papel tomadas de la caja de entrada de una máquina de fabricación de papel junto con recuentos de impresiones de MVP. Las partículas con circularidad de 0,66 o más se contaron como esféricas. El valor del recuento de impresiones MVP es una medida del número de defectos de impresión en una muestra de papel, utilizando una imprenta MVP para imprimir el papel.

10 Más específicamente, se pasan muestras de papel a través de una imprenta MVP y se imprime 1 impresión en cada intervalo de 500 hojas para un total de 10.000 impresiones. Las contaminaciones de la superficie se cuentan a medida que se recogen las impresiones. A continuación se pueden clasificar las contaminaciones usando una cinta para eliminar los contaminantes de la mantilla de la impresora. Esto permite la identificación microscópica de contaminantes específicos, incluida la brea.

15 Los datos muestran una correlación positiva entre los recuentos de MVP y el número de partículas esféricas entre 2 y 5 micrómetros. Tras la disminución en el recuento de partículas esféricas (dentro del intervalo de 2 a 5 micrómetros), el recuento de MPV también disminuyó de forma lineal; véanse los resultados en la tabla 7 y la figura 6. La tabla 7 muestra la correlación de los recuentos de MVP y el número de partículas hidrófobas esféricas en el agua blanca de la caja de entrada de una máquina de fabricación de papel.

TABLA 7

Recuento de MVP	Concentración de partículas
7,5	288741
5	125272
4	9059
3	6185
3	16909
1,5	23448
2	15441

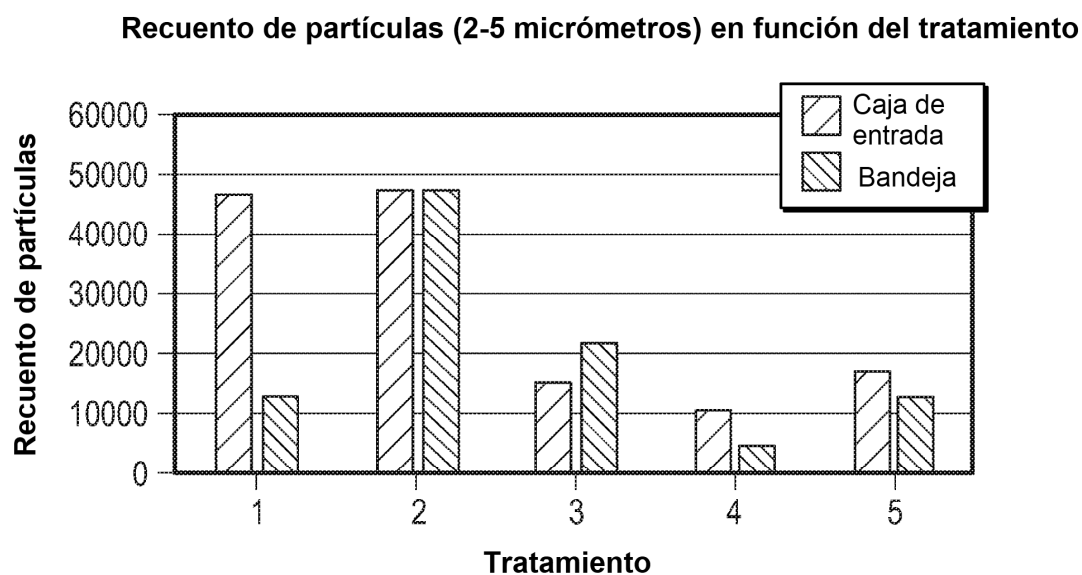
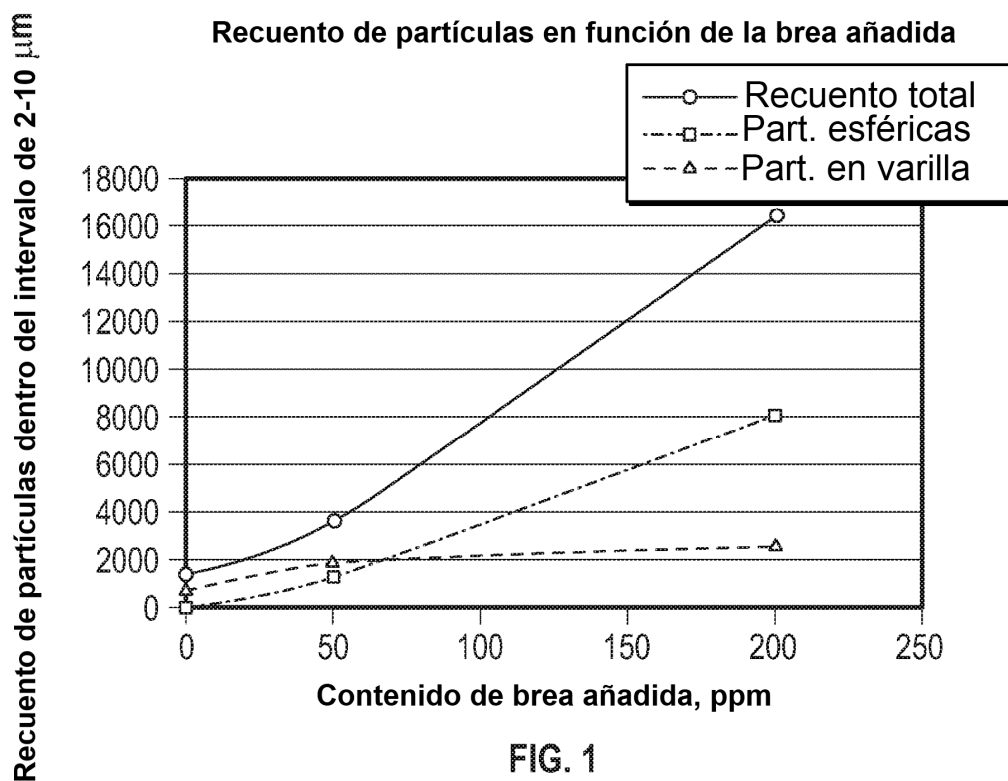
20 Cuando el recuento de MVP es alto (por ejemplo, 5 y más), la concentración de partículas esféricas es alta (más de 100.000). Cuando el recuento de MVP es bajo (por ejemplo, 3 o menos), el recuento de partículas esféricas es de 5 a 10 veces menor.

REIVINDICACIONES

1. Un método de medición de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o un sistema de fabricación de papel, comprendiendo dicho método las etapas de:
 - 5 proporcionar una muestra acuosa de fábrica de papel,
filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel para producir un filtrado que comprende partículas,
recolectar una imagen de las partículas en un volumen medido del filtrado,
analizar la imagen para determinar un tamaño y una morfología de las partículas en el volumen medido de filtrado,
 - 10 identificar partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado, y
cuantificar un número de partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 20 micrómetros en el volumen medido de filtrado.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, en donde los contaminantes hidrófobos comprenden brea.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en donde las partículas esféricas tienen una circularidad de aproximadamente 0,5 o mayor, preferentemente aproximadamente 0,66 o mayor.
- 20 4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde las partículas esféricas tienen una relación de aspecto de aproximadamente 0,7 o mayor, preferentemente aproximadamente 0,9 o mayor.
5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el tamaño de las partículas esféricas es de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros, preferentemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros.
- 25 6. El método de la reivindicación 1, en donde:
 - 30 filtrar la muestra acuosa de fábrica de papel comprende filtrar para producir un filtrado que comprende partículas esféricas que tienen una circularidad de aproximadamente 0,66 o mayor o una relación de aspecto de aproximadamente 0,9 o mayor, y también un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros,
identificar las partículas esféricas comprende identificar las partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros, y
cuantificar el número de las partículas esféricas comprende cuantificar el número de las partículas esféricas que tienen un tamaño de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros en el volumen medido de filtrado.
- 35 7. Un método de control de contaminantes hidrófobos en una lechada de pasta papelera o agua de proceso de fabricación de papel, comprendiendo dicho método las etapas de:
 - medir contaminantes hidrófobos en la lechada de pasta papelera o en un sistema de fabricación de papel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, y
 - 40 añadir al menos un agente de control de contaminantes al sistema de fabricación de papel basándose en el número de partículas esféricas por unidad de volumen de filtrado.
8. El método de la reivindicación 7, en donde el agente de control de contaminantes se añade en una cantidad

de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 12 libras por tonelada de pasta papelera seca, preferentemente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 7,0 libras por tonelada de pasta papelera seca.

- 5 9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, en donde el agente de control de contaminantes comprende un agente dispersante.
10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, en donde el agente de control de contaminantes comprende un agente fijador.
- 10 11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en donde los contaminantes hidrófobos comprenden brea y las partículas esféricas tienen una circularidad de aproximadamente 0,5 o mayor, preferentemente aproximadamente 0,66 o mayor.
- 15 12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, en donde las partículas esféricas tienen una relación de aspecto de aproximadamente 0,7 o mayor, preferentemente aproximadamente 0,9 o mayor, y en donde el tamaño de las partículas esféricas es de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros, preferentemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 micrómetros.



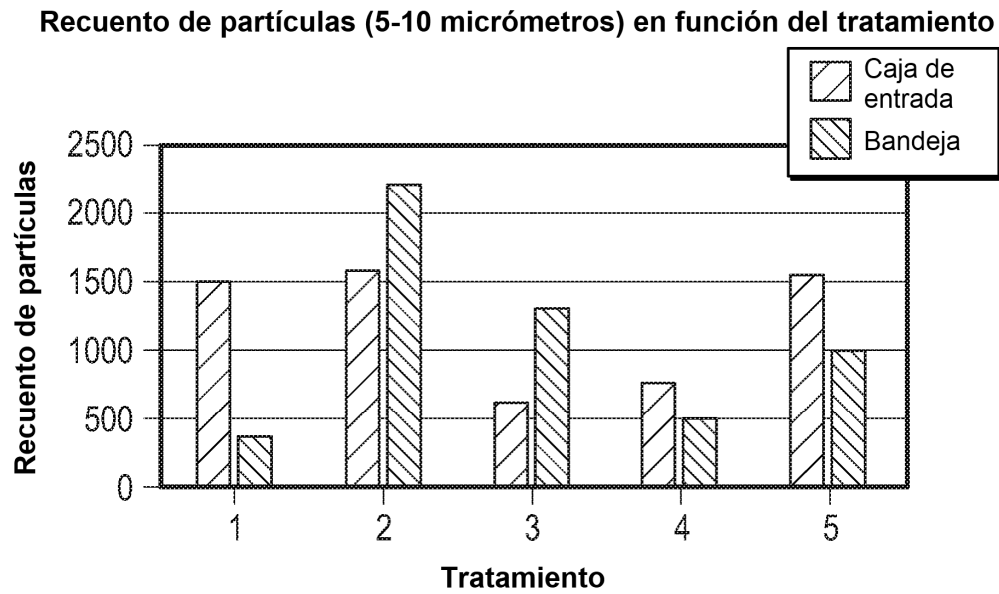


FIG. 3

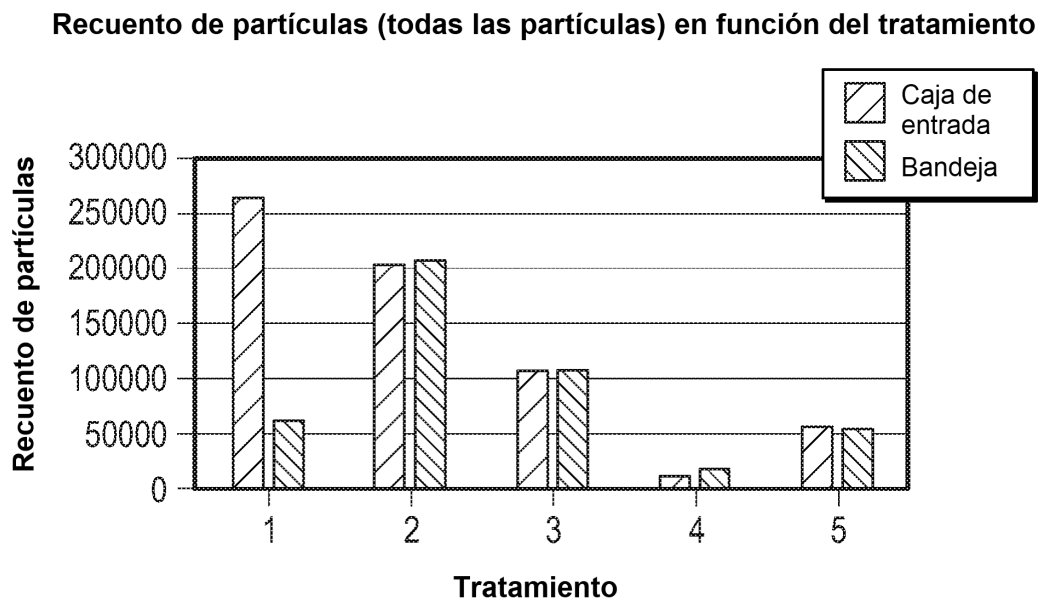


FIG. 4

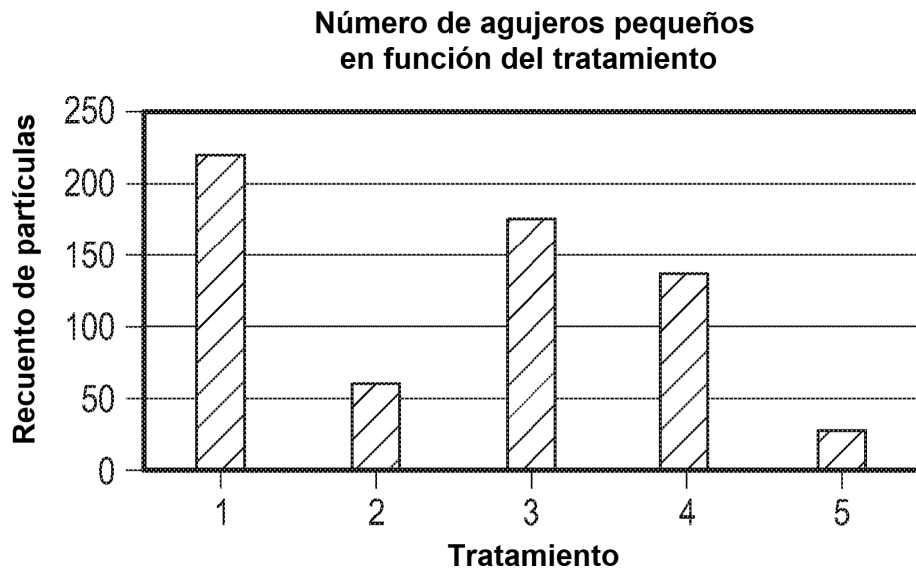


FIG. 5

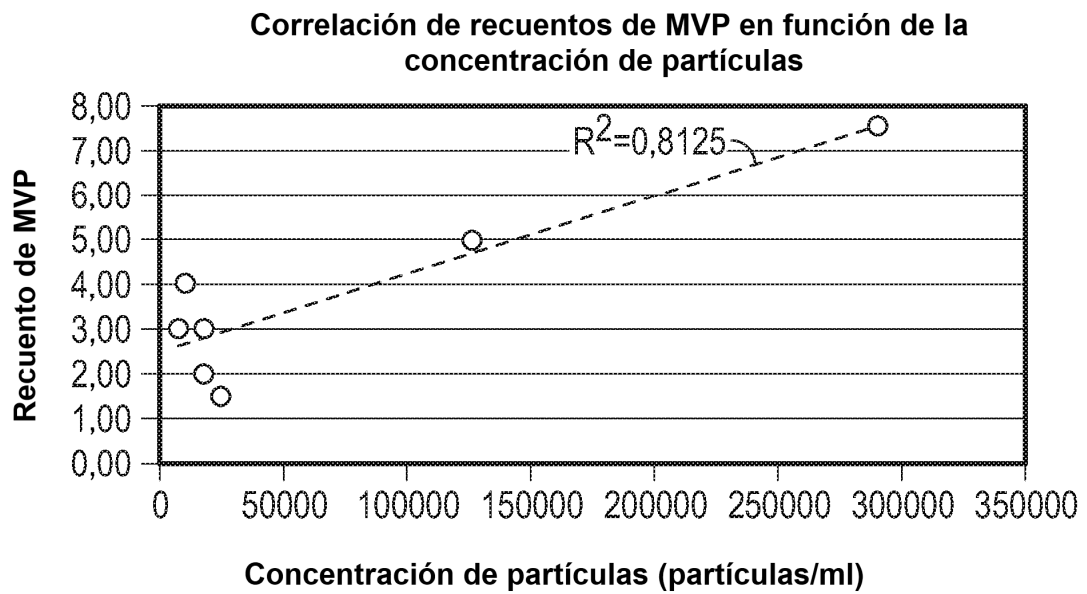


FIG. 6