

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 988 755**

51 Int. Cl.:

D21H 17/14 (2006.01)

D21H 21/16 (2006.01)

D21H 21/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.05.2021** **PCT/EP2021/064218**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.12.2021** **WO21239882**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2021** **E 21729484 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2024** **EP 4158100**

54 Título: **Procedimiento de obtención de una preparación fibrosa para papel opaco resistente a la inmersión**

30 Prioridad:

28.05.2020 FR 2005654

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

21.11.2024

73 Titular/es:

**PAPETERIE ZUBER RIEDER (25.0%)
Rue Ernest Zuber
25320 Boussieres, FR;
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE (25.0%);
UNIVERSITÉ DE BORDEAUX (25.0%) y
INSTITUT POLYTECHNIQUE DE BORDEAUX
(25.0%)**

72 Inventor/es:

**LE GOUE, ERWAN;
HAM-PICHAVENT, FRÉDÉRIQUE;
COMA, VÉRONIQUE y
GRELLIER, STÉPHANE**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 988 755 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 de obtención de una preparación fibrosa para papel opaco resistente a la inmersión

5 Campo técnico de la invención

La presente invención se encuentra en el campo de la obtención de una preparación fibrosa para la fabricación de papel que presenta una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo de manera que pueda fijarse, por ejemplo, a una botella de vino o bebida alcohólica que, por su naturaleza, suele almacenarse en un ambiente húmedo tal como, por ejemplo, un refrigerador o bien una cubitera de hielo.

Estado de la técnica

En este campo técnico particular, ya se conoce la solicitud de patente francesa FR 3 071 517 presentada a nombre de la Solicitante y que divulga un papel opaco resistente a la inmersión para la fabricación de etiquetas destinadas principalmente a botellas de vino o bebidas alcohólicas, que destaca porque está constituido por un soporte de papel de base no estucado compuesto de fibras y cargas minerales opacificantes, recibiendo dicho soporte de papel de base en sus caras anterior y posterior un tratamiento superficial consistente en pigmentos minerales u otros, asociados con aglutinantes hidrosolubles y sintéticos.

Este papel para etiquetas, que es ciertamente interesante porque se obtienen, con tratamientos superficiales, unas capas que limitan la propagación de la humedad hacia el papel, presenta, no obstante, una serie de inconvenientes.

En efecto, las características de opacidad y resistencia a ambientes secos y húmedos de este papel, que se obtienen únicamente mediante tratamientos superficiales, son, por tanto, limitadas y no permiten contemplar para dicho papel otros usos distintos al de las etiquetas de botellas de vino o bebidas alcohólicas, que, por su naturaleza, suelen almacenarse en un ambiente húmedo.

Sumario de la invención

Por tanto, el objetivo de la presente invención es proponer un procedimiento de obtención de una preparación fibrosa para fabricar un papel que presente una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo para poder utilizar dicho papel en numerosos usos, presentando dicha preparación fibrosa el beneficio de poder fabricarse en una sola y única línea de producción.

A este respecto, la presente invención tiene por objeto un procedimiento de obtención de una preparación fibrosa para la fabricación de un papel que presenta una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo, caracterizado por que comprende al menos las siguientes etapas:

- puesta en suspensión de fibras en agua,
- adición de sales de calcio a dichas fibras,
- adición de una fuente de sales de carbonato en forma de solución acuosa,
- agitación de la mezcla obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la precipitación de partículas de carbonato cálcico,
- adición de una solución de sales de ácidos grasos calentada a una temperatura que corresponde a la temperatura de micelización de dichas sales de ácidos grasos y teniendo en cuenta la concentración micelar crítica de dichas sales de ácidos grasos,
- agitación de la mezcla así obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la adsorción de los ácidos grasos a la superficie de las partículas de carbonato cálcico y obtener la preparación fibrosa deseada.

Según un modo de realización ventajoso, a la última etapa le sigue una etapa de adición a la preparación fibrosa obtenida de aditivos y/o colorantes utilizados habitualmente en papelería.

Según un modo de realización clásico, las fibras son fibras de celulosa.

Según un modo de realización ventajoso, las sales de calcio tienen contraiones de naturaleza mineral o contraiones de naturaleza orgánica.

Las sales de calcio son preferentemente cloruro cálcico.

Según un modo de realización ventajoso, las sales de carbonato tienen contraiones de naturaleza metálica o las sales de carbonato también pueden ser de naturaleza mineral u orgánica.

Las sales de carbonato son preferentemente carbonato de sodio.

Según un modo de realización ventajoso, las dosis de sales de calcio y de sales de carbonato implementadas se

determinan ventajosamente para producir, por precipitación, una masa de carbonato cálcico que corresponde como máximo al 25 % de la materia seca.

5 Preferentemente, la masa de carbonato cálcico producida corresponde a un valor comprendido entre 20 y 22 % de la materia seca.

Según un modo de realización ventajoso, las sales de ácidos grasos comprenden entre 12 y 22 carbonos en su cadena y sus contraiones pueden ser sales metálicas u orgánicas.

10 Según un modo de realización aún más ventajoso, las sales de ácidos grasos comprenden 18 carbonos en su cadena y serán, de forma preferencial, estearato de potasio.

Las sales de ácidos grasos son preferentemente estearato de potasio.

15 La invención se refiere también a un papel que presenta una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo, que destaca porque se fabrica a partir de la preparación fibrosa que recibe partículas de carbonato cálcico producidas por precipitación y fijadas directamente a la superficie y/o en sus fibras y ácidos grasos adsorbidos a la superficie de las partículas de carbonato cálcico, y que se obtiene mediante el procedimiento de obtención según la invención.

20 Descripción de los modos de realización

25 El procedimiento de obtención según la invención de una preparación fibrosa para fabricar un papel, que presenta una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo, se basa en el principio de la precipitación de cargas sobre las fibras, y luego en la modificación de dichas cargas para hacerlas menos hidrófilas.

De esta manera, el procedimiento de obtención de una preparación fibrosa consta al menos de las siguientes etapas:

- puesta en suspensión de fibras, convencionalmente, fibras de celulosa, en agua,
- 30 - adición de sales de calcio a dichas fibras,
- adición de una fuente de sales de carbonato en forma de solución acuosa,
- agitación de la mezcla obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la precipitación de partículas de carbonato cálcico,
- 35 - adición de una solución de sales de ácidos grasos calentada a una temperatura que corresponde a la temperatura de micelización de dichas sales de ácidos grasos y teniendo en cuenta la concentración micelar crítica (CMC) de dichas sales de ácidos grasos,
- agitación de la mezcla así obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la adsorción de los ácidos grasos a la superficie de las partículas de carbonato cálcico y obtener la preparación fibrosa deseada.

40 Esta última etapa ventajosamente puede ir seguida de una etapa de adición a la preparación fibrosa obtenida de aditivos y/o colorantes habitualmente utilizados en papelería. Dichos aditivos y/o colorantes, que son bien conocidos por los expertos en la técnica, son tales como, por ejemplo, dímeros de alquilceteno (AKD), almidón catiónico, colorantes de pigmentos aniónicos, sílice coloidal o incluso carboximetilcelulosa, para conferir una mayor blancura y opacidad al papel fabricado a partir de la preparación fibrosa obtenida.

45 Según un modo de realización ventajoso, las sales de calcio tienen contraiones de naturaleza mineral tales como, por ejemplo, contraiones de nitrato NO_3^- , de cloruro Cl^- , de yoduro I^- o incluso de bromuro Br^- , es decir, contraiones de naturaleza orgánica y que pueden estar, por ejemplo, en forma de carboxilatos de calcio que tienen de uno a varios carbonos tales como, por ejemplo, acetato de calcio. Sin embargo, de forma preferencial, las sales de calcio utilizadas son cloruro cálcico.

50 Del mismo modo, las sales de carbonato en forma de solución acuosa tienen contraiones de naturaleza metálica tales como, por ejemplo, contraiones de sodio Na^+ , o de potasio K^+ . Por otro lado, las sales de carbonato también pueden ser de naturaleza mineral u orgánica tales como, por ejemplo, carbonato de dimetilo o carbonato de amonio. Sin embargo, de forma preferencial, las sales de carbonato utilizadas son carbonato de sodio.

60 Por otro lado, las dosis de sales de calcio y de sales de carbonato implementadas se determinan ventajosamente para producir, por precipitación, una masa de carbonato cálcico que corresponda como máximo al 25 % de la materia seca y, preferentemente, a un valor comprendido entre 20 y 22 %.

Además, el hecho de integrar esta fase de precipitación de carbonato cálcico en el procedimiento general de fabricación de una preparación fibrosa conforme a la invención permite garantizar, al agitar la mezcla obtenida, la fijación de las partículas de carbonato cálcico directamente a la superficie y/o en las fibras, con el fin de mejorar las características de la preparación fibrosa obtenida. Con el procedimiento de fabricación de una preparación fibrosa conforme a la invención, se ha podido constatar que las partículas de carbonato cálcico son, asimismo, unitarias, no aglomeradas y de dimensiones regulares comprendidas entre 0,2 y 5 μm .

Según este modo de realización ventajoso, las sales de ácidos grasos comprenden entre 12 y 22 carbonos en su cadena y sus contraiones pueden ser sales metálicas (p. ej.: Na^+ , K^+) u orgánicas (p. ej.: NH_4^+). Las sales de ácidos grasos comprenderán ventajosamente 18 carbonos en su cadena y serán, de forma preferencial, estearato de potasio.

La adsorción de ácidos grasos a la superficie de las partículas de carbonato cálcico permite hacer estas últimas menos hidrófilas y, por tanto, aumentar significativamente la característica hidrófoba de las fibras, de la preparación fibrosa obtenida y del papel fabricado a partir de dicha preparación fibrosa.

El procedimiento de obtención conforme a la invención puede incluir, si fuera necesario, una etapa de adición de cargas

A continuación, se utiliza la preparación fibrosa obtenida con el procedimiento según la invención, sin tratamiento adicional, en una máquina de papel convencional para fabricar papel que presente una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo. Sin embargo, el papel fabricado a partir de la preparación fibrosa obtenida puede recubrirse posteriormente para mejorar aún más sus prestaciones o dotarlo de otras funcionalidades.

Por otro lado, el procedimiento de obtención según la invención es particularmente ventajoso, porque no incluye una etapa de lavado de las fibras, puede ser semicontinuo o continuo e implementarse en una única y misma línea de producción, y el agua blanca que genera puede reutilizarse durante el proceso de fabricación del papel a partir de la preparación fibrosa obtenida.

Por último, se entiende claramente que, el procedimiento de obtención según la invención permite actuar directamente en la masa de fibras de la preparación fibrosa para obtener una preparación fibrosa específica y no solo sobre la superficie de un papel de la técnica anterior fabricado a partir de una preparación fibrosa clásica, lo que confiere al papel fabricado a partir de dicha preparación fibrosa específica una hidrofobicidad y opacidad en estado seco o húmedo más significativas e interesantes que las del papel de la técnica anterior. En efecto, se entiende claramente que una de las características innovadoras del procedimiento de obtención según la invención se basa en el hecho de tener una etapa de adición de una solución de sales de ácidos grasos, después de la precipitación de la carga, calentándose dicha solución de sales de ácidos grasos utilizada hasta su temperatura de micelización de dichas sales de ácidos grasos. Esta etapa permite la adsorción de las micelas de ácidos grasos creadas (con la temperatura de micelización) con el carbonato cálcico precipitado sobre la fibra, lo que tiene el efecto, al final, de hacer las fibras menos hidrófilas.

De esta manera, las pruebas según el método de Cobb han demostrado que el procedimiento de obtención de una preparación fibrosa según la invención confiere al papel fabricado a partir de esta preparación fibrosa una baja absorción de agua durante largos periodos de tiempo. En efecto, la cantidad de agua absorbida por dicho papel después de una inmersión de una hora solo aumenta un 30 % al cabo de 24 horas de inmersión, demostrando así la estabilización en el tiempo de sus propiedades de resistencia al agua. Por otro lado, se entiende claramente que, con una menor absorción de agua, dicho papel presenta una menor deformación y una mayor estabilidad dimensional.

Por otro lado, las propiedades de opacidad del papel fabricado a partir de la preparación fibrosa obtenida mediante el procedimiento de obtención según la invención son también muy buenas. La opacidad seca del papel es alta y después de la inmersión en agua, esta opacidad solo disminuye casi un 3 % para permanecer estable incluso al cabo de 24 horas de inmersión en agua.

Se entiende claramente que el procedimiento de obtención según la invención está destinado ventajosamente a producir una preparación fibrosa para la fabricación de papel para etiquetas de botellas de vino o bebidas alcohólicas. Sin embargo, ni que decir tiene que, teniendo en cuenta las características elevadas de hidrofobicidad y opacidad conferidas al papel fabricado a partir de la preparación fibrosa obtenida mediante el procedimiento de obtención según la invención, dicho papel podría destinarse a muchos otros usos tales como, por ejemplo, la fabricación de envases alimentarios o no.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de una preparación fibrosa para fabricar un papel que presenta una hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo, caracterizado por que consta al menos de las siguientes etapas:
5
 - puesta en suspensión de fibras en agua,
 - adición de sales de calcio a dichas fibras,
 - adición de una fuente de sales de carbonato en forma de solución acuosa,
 - agitación de la mezcla obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la precipitación de partículas de carbonato cálcico,
 - adición de una solución de sales de ácidos grasos calentada a una temperatura que corresponde a la temperatura de micelización de dichas sales de ácidos grasos y teniendo en cuenta la concentración micelar crítica de dichas sales de ácidos grasos,
 - agitación de la mezcla así obtenida durante un tiempo suficiente para permitir la adsorción de los ácidos grasos a la superficie de las partículas de carbonato cálcico y obtener la preparación fibrosa deseada.
2. Procedimiento de obtención según la reivindicación 1, caracterizado por que la última etapa le sigue una etapa de adición a la preparación fibrosa obtenida de aditivos y/o colorantes de uso habitual en papelería.
- 20 3. Procedimiento de obtención según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que las fibras son fibras de celulosa.
4. Procedimiento de obtención según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que las sales de calcio tienen o bien contraiones de naturaleza mineral o contraiones de naturaleza orgánica.
- 25 5. Procedimiento de obtención según la reivindicación 4, caracterizado por que las sales de calcio son de cloruro cálcico.
- 30 6. Procedimiento de obtención según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que las sales de carbonato tienen contraiones de naturaleza metálica o las sales de carbonato pueden ser también de naturaleza mineral u orgánica.
7. Procedimiento de obtención según la reivindicación 6, caracterizado por que las sales de carbonato son carbonato de sodio.
- 35 8. Procedimiento de obtención según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que las dosis de sales de calcio y de sales de carbonato implementadas se determinan ventajosamente para producir, por precipitación, una masa de carbonato cálcico que corresponde como máximo al 25 % de la materia seca.
- 40 9. Procedimiento de obtención según la reivindicación 8, caracterizado por que la masa de carbonato cálcico producida corresponde a un valor comprendido entre el 20 y el 22 % de la materia seca.
10. Procedimiento de obtención según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que las sales de ácidos grasos comprenden entre 12 y 22 carbonos en su cadena y sus contraiones pueden ser sales metálicas u orgánicas.
- 45 11. Procedimiento de obtención según la reivindicación 10, caracterizado por que las sales de ácidos grasos comprenden 18 carbonos en su cadena y serán, de forma preferencial, estearato de potasio.
- 50 12. Procedimiento de obtención según la reivindicación 11, caracterizado por que las sales de ácidos grasos son estearato de potasio.
13. Papel que presenta hidrofobicidad y opacidad significativas en estado seco o húmedo, caracterizado por que se fabrica a partir de la preparación fibrosa que recibe partículas de carbonato cálcico producidas por precipitación y fijadas directamente a la superficie y/o en sus fibras, y ácidos grasos adsorbidos en la superficie de las partículas de carbonato cálcico, y que se obtiene mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.
- 55