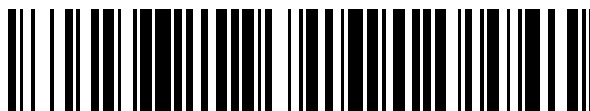


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 370 151**

51 Int. Cl.:
D21D 1/30

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03741404 .2**

96 Fecha de presentación: **15.07.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1538257**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.06.2005**

54 Título: **MÉTODO Y APARATO PARA PRODUCIR CELULOSA MICROFIBRILADA.**

30 Prioridad:
18.07.2002 JP 2002209548

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
13.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
13.12.2011

73 Titular/es:
**DSG INTERNATIONAL LTD.
17TH FLOOR, WATSON CENTRE KUNG YIP
STREET
KWAI CHUNG, HONG KONG, CN**

72 Inventor/es:
**SUZUKI, Migaku y
HATTORI, Yutaka**

74 Agente: **Miltenyi, Peter**

ES 2 370 151 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 y aparato para producir celulosa microfibrilada

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a métodos y aparatos para fabricar fibras de celulosa microfibrilada (MFC) cuyas propiedades se utilizan en una amplia gama de campos industriales incluyendo fabricación de papel, industria de pinturas, fabricación de membranas, industria de alimentos y campos cosméticos, y en particular, más adecuado como agente aglutinante y un agente de dispersión para polímeros altamente absorbentes en productos tales como artículos sanitarios que utilizan polímeros altamente absorbentes.

Antecedentes de la técnica

- 10 Las fibras de celulosa microfibrilada consisten en que una parte o la totalidad de las fibras tienen fibras extremadamente finas, específicamente en que decenas de cadenas de celulosa de las mismas tienen la finura de nivel microfibrilar. Hasta ahora, se han propuesto diversos métodos para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada. Por ejemplo, se han propuesto un método de obtención de celulosa bacteriana mediante fermentación usando *Acetobacter*, un método para convertir la pasta en fibras microfibriladas que también usa un aparato de molienda abrasivo (documento JP 7-310296 A) y un método para tratar la pasta durante un periodo largo de tiempo usando un homogeneizador de alta presión.

Sin embargo, cualquiera de tales métodos requiere un equipo especialmente diseñado y energía alta, y las propiedades de los productos finales resultantes no son constantes. Actualmente, aún no se ha realizado ningún método de fabricación continua de fibras de celulosa microfibrilada para una industria.

- 20 Obsérvese que en el campo de fabricación de papel, como máquina de fibrilado y batido de alta eficacia, se usan amplia y generalmente refinadores de disco tales como refinador de disco único y refinador de disco doble (a continuación en el presente documento "DDR"). Se han realizado intentos para obtener fibras de celulosa microfibrilada más finamente usando los refinadores de disco. Un ejemplo es un procedimiento de realización de una pasta altamente fibrilada y batida que se usa como materia prima para papel pergamino.
- 25 Sin embargo, en el procedimiento anteriormente mencionado se ha dicho que es difícil alcanzar el nivel microrrefinado de fibras de celulosa microfibrilada. Además, no se ha realizado ningún informe de que se haya obtenido MFC mediante un refinador de disco.

Descripción de la invención

- 30 La presente invención se refiere a un método y un aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada, permitiendo una producción estable y eficaz de las mismas.

Es decir, la presente invención proporciona lo siguiente (1) ~ (15).

- 35 (1) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada de 0,2 mm o menos en cuanto a longitud de fibra promedio en número y de 10 mL/g o más en cuanto a retención de agua que indica el volumen de agua que puede retenerse por un peso unitario de fibras de celulosa, sometiendo una suspensión que contiene una pasta con una concentración de componente sólido del 1 al 6% en peso a tratamiento con un refinador de disco 10 veces o más.

(2) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (1) anterior, en el que dicho tratamiento con un refinador de disco se realiza de 30 a 90 veces.

- 40 (3) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (1) o (2) anterior, en el que la longitud de fibra promedio en número de dichas fibras de celulosa microfibrilada es de 0,1 a 0,2 mm y la retención de agua de dichas fibras de celulosa microfibrilada es de 25 a 35 mL/g.

(4) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (3) anteriores, en el que la concentración de componente sólido de dicha suspensión es del 1 al 4% en peso.

- 45 (5) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (4) anterior, en el que dicha suspensión es una suspensión obtenida por dilución con etanol o una mezcla de etanol y agua.

(6) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (5) anteriores, en el que se emplea un refinador de disco.

- 50 (7) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (5) anteriores, en el que se emplean dos refinadores de disco y el número total de tratamientos con un primer refinador de disco y con un segundo refinador de disco es 10 veces o más, en el que tras realizar una vez o más dicho tratamiento con el primer refinador de disco, se realiza una vez o más dicho tratamiento con el segundo refinador de disco.

- 5 (8) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (5) anteriores, en el que se emplean dos refinadores de disco y el número total de tratamientos con un primer refinador de disco y con un segundo refinador de disco es 10 veces o más, en el que se repite 5 veces o más una operación en la que tras realizar una vez de dicho tratamiento con el primer refinador de disco, se realiza una vez de dicho tratamiento con el segundo refinador de disco.
- (9) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (7) u (8) anterior, en el que dicho primer refinador de disco y dicho segundo refinador de disco son del mismo tipo.
- 10 (10) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (7) u (8) anterior, en el que dicho primer refinador de disco y dicho segundo refinador de disco son diferentes en al menos uno seleccionado de un grupo que consiste en la anchura de paleta, la anchura de ranura y la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura de placa de disco.
- (11) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (10) anteriores, en el que como dicho refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 3,0 mm o menos de anchura de paleta y 1,0 o menos de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura.
- 15 (12) Un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (10) anterior, en el que como dicho primer refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 2,5 mm o menos de anchura de paleta y 1,0 o menos de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura y como dicho segundo refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 2,5 mm o más de anchura de paleta y 1,0 o más de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura.
- 20 (13) Fibras de celulosa microfibrilada que pueden obtenerse mediante el método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según uno cualquiera de (1) a (12) anteriores, en las que la longitud de fibra promedio en número es de 0,2 mm o menos y la retención de agua que indica el volumen de agua que puede retenerse por fibras de celulosa de un peso unitario es de 10 mL/g o más.
- (14) Un aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (13) anterior, dotado de
- 25 un dispositivo de desfibración,
- un baño de circulación conectado a dicho dispositivo de desfibración,
- un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando dicha entrada conectada a dicho baño de circulación, y
- un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco,
- 30 estando la salida de dicho refinador de disco también conectada a dicho baño de circulación,
- en el que dicho dispositivo de desfibración desfibra láminas de pasta suministradas para dar una suspensión,
- dicho baño de circulación almacena temporalmente la suspensión,
- dicho refinador de disco trata dicha suspensión suministrada desde dicho baño de circulación,
- 35 dicha suspensión tratada con dicho refinador de disco se suministra a dicho baño de circulación, y luego dicha suspensión se suministra a dicho refinador de disco, mediante lo cual el tratamiento con dicho refinador de disco se realiza cíclicamente, y tras realizar el tratamiento 10 veces o más, dicha suspensión se suministra a dicho baño de depósito en un momento establecido.
- (15) Un aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según (13) anterior, dotado de
- un dispositivo de desfibración,
- 40 un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando dicha entrada conectada a dicho dispositivo de desfibración, y
- un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco,
- estando la salida de dicho refinador de disco también conectada a dicho dispositivo de desfibración,
- en el que dicho dispositivo de desfibración desfibra láminas de pasta suministradas para dar una suspensión,
- 45 dicho refinador de disco trata dicha suspensión suministrada desde dicho dispositivo de desfibración,
- dicha suspensión tratada con dicho refinador de disco se suministra a dicho dispositivo de desfibración, y luego dicha suspensión se suministra a dicho refinador de disco, mediante lo cual el tratamiento con dicho refinador de

disco se realiza cíclicamente, y tras realizar el tratamiento 10 veces o más, dicha suspensión se suministra a dicho baño de depósito en un momento establecido.

Mediante un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención, pueden fabricarse de manera estable y eficaz fibras de celulosa microfibrilada de buena calidad.

- 5 Además, un aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención es muy adecuado para un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la carga y holgura del DDR.

- 10 La figura 2 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y el refinado de las fibras de celulosa obtenidas.

La figura 3 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la longitud de fibra promedio en número de las fibras de celulosa obtenidas.

- 15 La figura 4 es un diagrama que muestra otro ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la longitud de fibra promedio en número de las fibras de celulosa obtenidas.

La figura 5 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la retención de agua de las fibras de celulosa obtenidas.

La figura 6 es un diagrama que muestra otro ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la retención de agua de las fibras de celulosa obtenidas.

- 20 La figura 7 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la viscosidad del líquido de dispersión de agua de las fibras de celulosa obtenidas.

Las figuras 8 (A) a (G) son ilustraciones que muestran diversas disposiciones de aparatos de fabricación respectivos según la presente invención.

- 25 La figura 9 es un diagrama que muestra la relación entre el número de pases del DDR y la longitud de fibra promedio en número de las fibras de celulosa obtenidas en el ejemplo 2.

Mejor modo para llevar a cabo la invención

La presente invención se explicará en detalle a continuación:

<Suspensión>

- 30 En un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención, se usa una suspensión que contiene una pasta cuya concentración de componente sólido es del 1 al 6% en peso como materia prima.

La pasta contenida en la suspensión no tiene limitación particular, pero se usa preferiblemente una pasta de madera de uso general.

- 35 La pasta de madera se clasifica ampliamente en pasta de conífera (madera N) de longitudes de fibra relativamente largas y pasta del árbol de hojas anchas (madera L) de longitudes de fibra relativamente cortas. En la presente invención puede usarse cualquiera de estas pastas, pero es preferible la pasta de madera L de longitudes de fibra más cortas. Específicamente, se usa más preferiblemente la LBKP (pasta kraft de hoja ancha).

- 40 Además, la pasta de madera se clasifica ampliamente en cuanto a si se bate y se fibrila o no, y se clasifica en pasta no batida tal como pasta virgen y batida y fibrilada. En la presente invención, puede usarse cualquiera de estas pastas. Como pasta batida y fibrilada, también puede usarse una pasta de papel de desecho hecha de un papel de desecho como materia prima, pero preferiblemente no debe contener ni tinta de impresión ni agente de encolado. Una pasta batida y fibrilada preferible es, por ejemplo, una pasta batida y fibrilada para papel tisú facial y papel higiénico.

- 45 La suspensión contiene una de las pastas antes mencionadas cuya concentración de componente sólido es del 1 al 6% en peso. En el presente documento, la expresión "concentración de componente sólido" significa la razón en peso de la pasta con respecto a toda la suspensión. La expresión "concentración de componente sólido" también puede denominarse "concentración".

Si se realiza un tratamiento en una suspensión usando un refinador de disco tal como se describe más adelante, la viscosidad de la suspensión se aumenta de 10 a 20 veces antes de realizarse tal tratamiento. Si la viscosidad es

- demasiado alta, el aire atrapado por la agitación o circulación del líquido permanece como burbujas de aire, que, si aumentan en volumen, pueden hacer que una bomba cavite. Además, es probable que se produzcan problemas tales como acumulación de calor por fricción y problemas en la transferencia de la bomba. Por tanto, en la presente invención, la concentración de la suspensión es del 6% en peso o menos, preferiblemente del 5% en peso o menos y más preferiblemente del 4,5% en peso o menos.
- Por otro lado, si la concentración de la suspensión es demasiado baja, la fricción entre las fibras se hace pequeña, y se reduce la eficacia del tratamiento con un refinador de disco, y como resultado, la eficacia del tratamiento de todo el equipo también se reduce, por tanto en la presente invención, la concentración de la suspensión es del 1% en peso o más, preferiblemente del 1,5% en peso o más y más preferiblemente del 2% en peso o más.
- Los métodos para la preparación de una suspensión no están particularmente limitados, pero puesto que en general está disponible una pasta comercial en forma de lámina, preferiblemente se desfibra tal pasta en primer lugar.
- La desfibración es un tratamiento para dispersar una lámina de pasta en agua. Para la desfibración, en la presente invención puede usarse un dispositivo de desfibración tal como el usado generalmente en la industria de fabricación de papel. En la presente invención puede usarse como tal dispositivo de desfibración, por ejemplo, un desintegrador, que es un dispositivo de desfibración dotado de un agitador fuerte, y un batidor, que es un dispositivo de desfibración que puede desfibrar así como batir y fibrilar al mismo tiempo.
- La desfibración mediante un desintegrador se realiza preferiblemente con la condición de que la concentración de la suspensión tiene que ser del 5 al 10% en peso. Por tanto, para obtener una suspensión cuya concentración es del 1 al 6% en peso, uno de los modos preferidos es que el líquido de dispersión de agua obtenido por desfibración se diluya para su uso. El líquido de dispersión de agua se diluye preferiblemente hasta del 1 al 4% en peso.
- Específicamente, en caso de que se use un desintegrador, es preferible un método mediante dilución y agitación. En este caso, como desintegrador, puede usarse un aparato de gran capacidad para la cantidad de suspensión que va a desfibrarse, y puede usarse un aparato preparado modificando un desintegrador de capacidad habitual de manera que se proporcione un espacio de dilución por ejemplo encima del desintegrador.
- Para el uso de un líquido de dispersión de agua obtenido por desfibración, el líquido usado para la dilución no sólo puede ser agua, sino que también puede usarse etanol o un líquido de mezcla de etanol y agua. Si la dilución se realiza usando etanol o un líquido de mezcla de etanol y agua, la viscosidad puede reducirse y en el último tratamiento descrito con un refinador de disco, puede mejorarse la capacidad de transferencia mediante una bomba. Además, pueden obtenerse efectos antiespumantes.
- El líquido de mezcla de etanol y agua no está particularmente limitado en cuanto a la razón de mezclado, y por ejemplo, las razones de mezclado pueden ser etanol/agua= de 50/50 a 80/20.
- Mediante la dilución con etanol o un líquido de mezcla de etanol y agua, se requiere que la razón de etanol con respecto a agua en la suspensión sea menor que el límite de inflamación. Específicamente, se prefiere que la razón de etanol sea del 50% en peso o menos o más, preferiblemente del 30% en peso o menos basándose en el total de etanol y agua.
- <Tratamiento con refinador de disco>
- En un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención, se repite un tratamiento con un refinador de disco 10 veces o más. En algunos casos, es preferible repetir el tratamiento 20 veces o más y de manera más preferible repetir el tratamiento de 30 a 90 veces.
- Un refinador de disco tiene placas de disco que tienen paletas para el batido y la fibrilación orientadas entre sí a una distancia muy próxima en el que una de las placas de disco gira o ambas placas giran en un sentido inverso entre sí, y la suspensión que contiene pasta pasa entre ambas paletas para batirse y fibrilarse a presión.
- Como refinador de disco, está disponible un refinador de disco único con una única holgura para batir y fibrilar formada por las placas de disco y un refinador de disco doble con dos holguras para batir y fibrilar formadas por las placas de disco. En la presente invención, puede usarse un refinador de disco convencional bastante conocido. Obsérvese que en general, en el caso de que se use un DDR, el número de tratamientos es aproximadamente la mitad que en el caso de que se use un refinador de disco único, y esto hace que el uso del DDR sea eficaz.
- En el tratamiento con un refinador de disco, es suficiente un refinador de disco, pero pueden usarse varios refinadores de disco del mismo tipo y pueden usarse varios refinadores de disco de diferente tipo.
- Por ejemplo, es preferible usar una combinación de un primer refinador de disco y un segundo refinador de disco. Específicamente, por ejemplo, está disponible un método en el que, en primer lugar, se realiza uno o más tratamientos con un primer refinador de disco, y luego se realiza uno o más tratamientos con el segundo refinador de disco, realizándose de ese modo el tratamiento con el refinador de disco 10 veces o más en total y un método en el que la operación del tratamiento con el primer refinador de disco que se realiza una vez seguido por el tratamiento

con el segundo refinador de disco que se realiza una vez se repite 5 veces o más, realizándose de ese modo el tratamiento con el refinador de disco 10 veces o más en total.

Las condiciones para el tratamiento con un refinador de disco se seleccionan apropiadamente dependiendo de las características de las fibras de celulosa microfibrilada que se explicarán. Tales condiciones son, por ejemplo, los tipos de placas de disco usadas, las concentraciones de las suspensiones, las velocidades de flujo, las presiones de entrada y las presiones de salida, las posiciones de paleta (holgura) y la carga. La carga, sin embargo, se reduce cuando aumenta el número de veces de tratamiento y avanza el grado de microfibrilación, y si el número de veces de tratamiento alcanza cierto nivel, la carga se hace idéntica a en el caso de que se operen las placas de disco en el estado liberado. Obsérvese que la indicación de las cargas de los refinadores de disco depende de los tipos de aparatos, expresándose o bien en potencia eléctrica (kW) o bien en corriente eléctrica (A).

La figura 1 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de veces de pases del DDR y la carga y la holgura del DDR (la figura 1 indica los resultados del ejemplo 4 que se recogen más tarde). Tal como se muestra en la figura 1, la carga se hace idéntica a en el caso de que se aumenten las placas de disco operadas en el estado liberado cuando aumenta el número de veces de tratamiento. En otras palabras, cuando aumenta el número de veces de tratamiento, no puede aplicarse corriente eléctrica por encima de un valor determinado aunque la holgura se haga pequeña. Por tanto, es difícil controlar el grado de microfibrilación de las fibras basándose en el valor de la carga.

Por otro lado, según un estudio realizado por los inventores, se halló que cuando aumenta el número de veces de pases de DDR, avanza el grado de microfibrilación de las fibras aunque la carga permanezca igual.

Los inventores suponen que esto implica que, cuando aumenta el número de pases del DDR y por tanto avanza la microfibrilación de las fibras, no sólo se produce el corte de las fibras y la microfibrilación resultante de las fibras cuando las fibras entran en contacto con las placas de disco de un refinador de disco, sino también debido al cizallamiento provocado por las fibras que entran en contacto entre sí cuando se hace pasar la suspensión a una velocidad alta a través del espacio estrecho, haciéndose avanzar adicionalmente la microfibrilación de las fibras. Y este cizallamiento puede controlarse ajustando la holgura.

Por tanto, en la presente invención, el grado de microfibrilación de las fibras se controla preferiblemente no por la carga del refinador de disco sino por la holgura (indicada en el refinador de disco).

Entre las condiciones mencionadas anteriormente, para obtener las características deseadas de las fibras de celulosa microfibrilada, son importantes la anchura de paleta, la anchura de ranura y la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura de la placa de disco.

Por ejemplo, en caso de que se pretenda obtener de manera eficaz fibras de celulosa de forma corta y fina, es preferible una placa de disco con una anchura de paleta estrecha y una anchura de ranura amplia. Específicamente, la anchura de paleta es preferiblemente de 3,0 mm o menos, la anchura de ranura es preferiblemente de 3,0 mm o más, y la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura (a continuación en el presente documento denominada también "razón de anchura de paleta/anchura de ranura") es preferiblemente de 1,0 o menos.

Por otro lado, en caso de que sea un objetivo realizar una molienda por fricción y gelación de manera eficaz, una placa de disco tiene preferiblemente una anchura de paleta amplia y una anchura de ranura estrecha. Específicamente, la anchura de paleta es preferiblemente de 3,0 mm o más, la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura es preferiblemente de 1,0 o más, y la anchura de ranura es preferiblemente de 2,5 mm o menos.

En caso de que se use un refinador de disco o varios refinadores de disco del mismo tipo, por ejemplo, la anchura de la paleta es preferiblemente de 1,0 a 4,0 mm y la anchura de ranura es preferiblemente de 2,0 a 8 mm.

Ante todo, cuando se usa un refinador de disco y se realiza el tratamiento durante un periodo relativamente largo de tiempo, por ejemplo, se realiza el tratamiento durante de 4 a 5 horas 30 veces o más, si, por ejemplo, se selecciona una placa de disco con 1,5 mm de anchura de paleta y 3,0 mm de anchura de ranura y con la condición que la holgura sea relativamente grande, esto puede llevar un periodo de tiempo relativamente largo pero puede controlarse de manera relativamente fácil.

En caso de que se usen dos refinadores de disco, es decir, un primer refinador de disco y un segundo refinador de disco, si los refinadores de disco son del mismo tipo, aunque los números de veces de tratamientos puedan aumentarse, las condiciones de tratamiento pueden controlarse fácilmente y los aparatos pueden mantenerse fácilmente, y tiene la ventaja de requerir sólo un pequeño número de tipos de piezas de repuesto.

Por otro lado, en caso de que se usen dos refinadores de disco, es decir, un primer refinador de disco y un segundo refinador de disco, el primer refinador de disco y el segundo refinador de disco son diferentes en al menos una condición seleccionada de un grupo que consiste en la anchura de paleta, la anchura de ranura y la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura de la placa de disco, aunque sería complicado con las necesidades del control de la condición, el mantenimiento del aparato y las piezas de repuesto requeridas, el

número de tratamientos puede reducirse ventajosamente cambiando apropiadamente tales necesidades.

En este último caso, específicamente, se usa preferiblemente un refinador de disco con placas de disco de 2,5 mm o menos de anchura de paleta y 1,0 o menos de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura como un primer refinador de disco y un refinador de disco con placas de disco de 2,5 mm o más de anchura de paleta y 1,0 o más de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura como segundo refinador de disco. Además, las placas de disco del primer refinador de disco tienen preferiblemente 3,0 mm o más de anchura de ranura, y la placa de disco del segundo refinador de disco tiene preferiblemente 2,5 mm o menos de anchura de ranura. Por ejemplo, están disponibles las combinaciones que se facilitan en la tabla 1:

Tabla 1

	Placas de disco		
	Anchura de paleta (mm)	Anchura de ranura (mm)	Razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura
Primer refinador de disco	2,0	3,0	0,67
Segundo refinador de disco	3,5	2,0	1,75

Como resultado de realizar el tratamiento con un refinador de disco 10 veces o más, pueden obtenerse fibras de celulosa microfibrilada de 0,2 mm o menos de longitud de fibra promedio en número y 10 mL/g o más de retención de agua.

Las figuras 2 a 7 son diagramas que muestran las relaciones entre el número de tratamientos (números de pases) por DDR y las características de las fibras de celulosa obtenidas en caso de que se use DDR como refinador de disco. (obsérvese que las figuras 2, 3 y 5 muestran los resultados del ejemplo 1 que van a comentarse más adelante y que las figuras 4, 6 y 7 muestran los resultados del ejemplo 3 que van a comentarse más adelante.) Cada una de ellas se explicará a continuación:

La figura 2 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y el refino de las fibras de celulosa obtenidas. El refino puede medirse según la norma T-227 de TAPPI.

Tal como se muestra en la figura 2, el refino es aproximadamente de 100 mL cuando el número de pases es de 10. Si el número de pases es superior a 10, la gelación avanza por lo que la filtración no puede realizarse y una parte de las fibras que se está acortando pasa por la malla de un aparato de prueba de refino, por lo que el refino apenas puede medirse. Por tanto, el refino no es un indicador preferible para las características de las fibras de celulosa microfibrilada obtenidas según la presente invención.

La figura 3 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación del número de pases del DDR y la longitud de fibra promedio en número de las fibras de celulosa obtenidas. La longitud de fibra promedio en número puede medirse según el Paper and Pulp Testing Methods N.º 52 "Pulp and Paper - Fiber Length Testing Method - Automated Optical Measuring Method" de JAPAN TAPPI. Específicamente, por ejemplo, puede usarse para este fin un aparato de medición de la distribución de la longitud de fibra de Kajaani disponible de Kajaani, Finlandia.

Tal como se muestra en la figura 3, la longitud de fibra promedio en número es aproximadamente de 0,5 mm cuando el número de pases es cero (es decir, no se realiza ningún tratamiento), y la longitud de fibra promedio en número es aproximadamente de 0,2 mm cuando el número de pases es diez. Desde cero hasta diez pases, la longitud de fibra promedio en número se acorta rápidamente. Cuando el número de pases es más de diez, a medida que avanza la gelación, la longitud de fibra promedio en número se disminuye gradualmente hasta de 0,1 a 0,2 mm. Con más de diez pases, tiene lugar principalmente la microfibrilación de las fibras (fenómeno en el que las fibras de celulosa se ramifican en fibras microfibriladas), en lugar del acortamiento de las fibras, que podría haber producido la gelación.

La figura 4 es un diagrama que muestra otro ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la longitud de fibra promedio en número de las fibras de celulosa obtenidas. Tal como se muestra en la figura 4, la longitud de fibra promedio en número se acorta hasta un nivel determinado (en este caso aproximadamente 0,15 mm), pero difícilmente disminuye más.

La figura 5 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la retención de agua de las fibras de celulosa obtenidas. En la presente invención, la "retención de agua" es un valor que expresa el volumen de agua que puede retenerse por un peso unitario de fibras de celulosa, y específicamente puede obtenerse como sigue:

Es decir, la retención de agua es un valor obtenido por la siguiente fórmula (1) cuando se introducen 50 mL de líquido de dispersión de agua de las fibras de celulosa cuya temperatura es de 20°C y cuya concentración es del 1,5% en peso en un tubo de ensayo de centrífuga (30 mm de diámetro interno x 100 mm de longitud, escala de volumen de 50 mL), se centrifugan durante 10 minutos a 2000 G (3300 rpm) y se lee el volumen del precipitado. Obsérvese que el peso seco absoluto de las fibras de celulosa se obtiene pesando el precipitado cuando alcanza un peso constante tras secarse térmicamente.

Retención de agua (mL/g) = volumen de precipitado (mL) / peso seco absoluto de fibras de celulosa (g) (1)

Tal como se muestra en la figura 5, la retención de agua es de 10 mL/g o menos cuando el número de pases del DDR es cero, y supera los 10 mL/g cuando el número de pases es diez. Desde cero a diez pases, el cambio de la retención de agua es menos que el del refinado y la longitud de fibra promedio en número. Esto probablemente se debe a que principalmente las fibras se convierten en fibras más cortas y no se microfibrilan mucho. Y posteriormente, incluso cuando el número de pases es más de 10, la retención de agua continúa aumentándose. Esto probablemente se debe a que las fibras se están microfibrilando.

La figura 6 es un diagrama que muestra otro ejemplo de la relación entre el número de pases del DDR y la retención de agua de las fibras de celulosa. Además, en un caso mostrado en la figura 6, cuando se aumenta el número de pases, se aumenta la retención de agua y cuando el número de pases es 80, la retención de agua supera 30 mL/g, pero la tasa creciente de retención de agua se reduce en torno al número de pases de 80.

Los inventores consideraron que sería adecuado usar la retención de agua mencionada anteriormente además de una longitud de fibra promedio en número usada generalmente como indicador para expresar el grado de microfibrilación de las fibras, y por tanto definieron las fibras de celulosa microfibrilada usando la longitud de fibra promedio en número y la retención de agua.

Obsérvese que esta retención de agua tiene una tendencia a ser idéntica a la de la viscosidad (viscosidad de rotación) del líquido de dispersión de agua de las fibras de celulosa. La figura 7 es un diagrama que muestra un ejemplo de la relación entre la viscosidad del líquido de dispersión de agua de las fibras de celulosa obtenidas, que es el mismo ejemplo que se muestra en la figura 6. Aparentemente a partir de la comparación de las figuras 6 y 7, la viscosidad del líquido de dispersión de agua de las fibras de celulosa cambia exactamente igual que la retención de agua cuando aumenta el número de pases. La medición de viscosidad, sin embargo, es más complicada que la de la retención de agua, por lo que al llevar a cabo el método de fabricación según la presente invención, el proceso de fabricación se controla preferiblemente usando la retención de agua.

Además, tal como se describió anteriormente, repitiendo el tratamiento con un refinador de disco más de 10 veces o preferiblemente más de 20 veces, pueden obtenerse fibras de celulosa microfibrilada de 0,2 mm o menos de longitud de fibra promedio en número y 10 mL/g o más de retención de agua.

<Fibras de celulosa microfibrilada>

Mediante el método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención, pueden obtenerse las fibras de celulosa microfibrilada de la presente invención.

Las fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención son de 0,2 mm o menos en longitud de fibra promedio en número y preferiblemente de 0,1 a 0,2 mm en longitud de fibra promedio en número. Además, la retención de agua de las fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención es de 10 mL/g o más y preferiblemente de 20 mL/g o más y más preferiblemente de 25 a 35 mL/g.

Si la longitud de fibra promedio en número y la retención de agua de las fibras de celulosa microfibrilada están dentro de los intervalos mencionados anteriormente, tales fibras son tan estables que si se permite que su líquido de dispersión de agua permanezca incluso durante una semana a una temperatura ambiente, no se produciría una separación de fases (líquido y sólido) debido a la precipitación de fibras de celulosa microfibrilada.

<Aparato para fabricar fibras de celulosa microfibrilada>

Puede llevarse a cabo un método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención usando cualquier refinador de disco convencional conocido. Por ejemplo, el método puede llevarse a cabo usando aparatos para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la presente invención (a continuación en el presente documento "el aparato de fabricación de la presente invención") descrito a continuación.

En una primera realización, el aparato de fabricación de la presente invención está dotado de un dispositivo de desfibración, un baño de circulación conectado a dicho dispositivo de desfibración, un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando conectada dicha entrada a dicho baño de circulación y un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco.

El dispositivo de desfibración es para desfibrar láminas de pasta suministradas y convertirlas en una suspensión. Los detalles del dispositivo de desfibración son tal como se describieron anteriormente.

El baño de circulación es para almacenar temporalmente la suspensión. Como baño de circulación, puede usarse un tanque convencional conocido.

El refinador de disco es para tratar la suspensión suministrada desde el baño de circulación. Los detalles del refinador de disco son tal como se describieron anteriormente.

La salida del refinador de disco está conectada al baño de circulación y al baño de depósito.

Obsérvese que el refinador de disco tiene una entrada y una salida, estando conectada la entrada al baño de circulación y estando conectada la salida al baño de depósito y al baño de circulación, y si varios refinadores de disco están dispuestos en serie, sólo la entrada de un refinador de disco dispuesto en el lado más aguas arriba puede conectarse al baño de circulación y sólo la salida de un refinador de disco dispuesto en el lado más aguas abajo puede conectarse al baño de depósito y al baño de circulación.

Asimismo, en caso de que varios baños de circulación y varios refinadores de disco estén dispuestos de manera respectiva, las combinaciones del baño de circulación y el refinador de disco pueden disponerse en serie, en la que sólo el baño de circulación en el lado más aguas arriba puede conectarse al dispositivo de desfibración y sólo la salida del refinador de disco en el lado más aguas abajo puede conectarse al depósito.

La suspensión tratada con un refinador de disco se suministra en primer lugar a un baño de circulación y luego a un refinador de disco. Por tanto, el refinador de disco trata la suspensión de manera circular.

Una vez que el número de veces de tratamiento sea 10 o más, en un momento establecido, por ejemplo, en el momento en que las fibras de celulosa contenidas en la suspensión tratada hayan obtenido una longitud de fibra promedio en número establecido y/o una retención de agua establecida, la suspensión tratada se suministra al baño de depósito en el que se almacena la suspensión.

Como baño de depósito, puede usarse cualquier tanque convencional conocido.

En una segunda realización, el aparato de fabricación de la presente invención está dotado de un dispositivo de desfibración, un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando conectada dicha entrada a dicho dispositivo de desfibración y un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco.

La segunda realización del aparato de fabricación de la presente invención es igual a la primera realización descrita anteriormente del aparato de fabricación de la presente invención, excepto en que el dispositivo de desfibración sirve tanto como dispositivo de desfibración como baño de depósito de la primera realización del aparato de fabricación de la presente invención. Como dispositivo de desfibración, puede usarse un dispositivo de desfibración igual al usado en la primera realización del aparato de fabricación de la presente invención, y se usa preferiblemente un aparato de gran capacidad con respecto a la cantidad de la suspensión cuando se desfibra porque en tal aparato de gran capacidad es posible obtener particularmente la alta concentración en el momento de la desfibración del 5 al 10% en peso y diluir la suspensión hasta la concentración del 1 al 6% en peso usando el mismo dispositivo de desfibración tras la operación de desfibración.

Las figuras 8 (A) a (G) muestran ilustraciones de diversas realizaciones del aparato de fabricación de la presente invención. Las realizaciones de las figuras 18 (A), (B), (C), (F) y (G) corresponden a la primera realización descrita anteriormente del aparato de fabricación de la presente invención, y las de las figuras 18 (D) y (E) corresponden a la segunda realización descrita anteriormente del aparato de fabricación de la presente invención. El aparato de fabricación de la presente invención se explica a continuación en referencia a las figuras 18, pero la presente invención no se limita a esas realizaciones. Por ejemplo, puede usarse un refinador de disco único en vez de un DDR.

En las figuras 8 (A), (B) y (C), se usa como dispositivo de desfibración un desintegrador convencional conocido.

En la figura 8 (A), se proporcionan dos DDR en paralelo entre el baño de circulación y el baño de depósito cuando están conectados a ambos baños. Proporcionando así varios DDR en paralelo, puede aumentarse la cantidad de fibras de celulosa microfibrilada fabricadas por unidad de tiempo.

En la figura 8 (B), se proporcionan dos DDR en serie entre el baño de circulación y el baño de depósito cuando están conectados a ambos baños. Proporcionando así varios DDR en serie, puede reducirse el número de veces de circulación de la suspensión a través de los DDR. Específicamente, por ejemplo, para realizar 10 veces el tratamiento con un DDR, es suficiente hacer circular la suspensión a través de los DDR cinco veces. Como resultado, puede aumentarse la cantidad de fibras de celulosa microfibrilada fabricadas por unidad de tiempo.

En la figura 8 (C), entre el desintegrador y el baño de depósito están conectados alternativamente dos baños de circulación (1) y (2) y dos DDR (1) y (2). La suspensión que se ha tratado en el DDR (1) puede suministrarse al baño de circulación (1) y la suspensión que se ha tratado en el DDR (2) puede suministrarse al baño de circulación (2). Por tanto, proporcionando varios baños de circulación y varios DDR alternativamente, las condiciones de tratamiento para cada uno de los DDR pueden ser diferentes de modo que puedan obtenerse fibras de celulosa microfibrilada de características deseadas.

En las figuras 8 (D) y (E), como dispositivo de desfibración se usa un desintegrador dotado de una sección de dilución. El desintegrador dotado de una sección de dilución puede ser de gran capacidad con respecto a la cantidad de suspensión en el momento de la desfibración, tal como se comentó anteriormente, y puede ser un desintegrador convencional modificado para tener un espacio para dilución.

En la figura 8 (D), entre el desintegrador dotado de una sección de dilución y el baño de depósito, está previsto un

DDR conectado al desintegrador y al baño de depósito. Por tanto, en caso de que se use un DDR, el tiempo de tratamiento se alarga más que en caso de que se usen varios DDR, pero el aparato puede ser de tamaño pequeño y el coste para la inversión de capital puede ser más pequeño.

5 En la figura 8 (E), están previstos dos DDR en serie conectados entre el desintegrador con la sección de dilución y el baño de depósito. Como en la figura 8 (B), proporcionando varios DDR en serie, puede reducirse el número de veces de circulación de la suspensión a través de los DDR.

En las figuras 8 (F) y (G), se usa un batidor convencional y conocida como dispositivo de desfibración.

10 En la figura 8 (F), están previstos dos DDR en serie conectados entre el baño de circulación y el baño de depósito. Como en la figura 8 (B), proporcionando varios DDR en serie, puede reducirse el número de veces de circulación de la suspensión a través de los DDR.

En la figura 8 (G), un DDR está conectado entre el baño de circulación y el baño de depósito. Como en la figura 8 (D), el tamaño del aparato puede hacerse más pequeño y por consiguiente el coste para la inversión de capital puede hacerse más pequeño.

Ejemplos

15 La presente invención se explicará específicamente a continuación con los ejemplos mostrados, pero no se limita a los siguientes ejemplos.

(Ejemplo 1)

1. Fabricación de fibras de celulosa microfibrilada

20 Mediante el uso del aparato de fabricación de la presente invención que comprende un desintegrador, un baño de circulación y dos DDR previstos en serie tal como se muestra en la figura 8 (B), se fabricaron fibras de celulosa microfibrilada.

(1) Etapa de desfibración

25 Un desintegrador de 6 m³ de capacidad (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.) se llenó con agua a 5,5 m³ y cuando se hizo circular el agua, se colocó en el desintegrador una lámina de LBKP (fabricada por Domtar Inc., EE.UU. con la marca comercial "St. Croix") de 400 kg (siendo 354 kg el peso seco absoluto) cuyo contenido en agua es del 11,5% en peso.

Luego, se añadieron 0,1 m³ de agua para ajustar la concentración de la suspensión al 5,9% en peso y luego se realizó la desfibración. En ese momento, la temperatura de la suspensión fue de 18°C.

30 Tras continuar con la desfibración durante 15 minutos, se transfirió la suspensión al baño de circulación. Se realizó la transferencia del líquido mientras que se añadía agua al desintegrador.

(2) Etapa de tratamiento con el refinador de disco

(i) Ajuste de concentración de la suspensión

Se añadió agua para hacer que la concentración de la suspensión en el baño de circulación fuera del 4,0% en peso. En otras palabras, se hizo que el volumen de la suspensión en el baño de circulación fuera de 8,85 m³.

35 (ii) Especificaciones del DDR

(a) Cuerpo del DDR

DDR (1): modelo AWN 20 de 190 kW (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.).

DDR (2): modelo AWN 20 de 190 kW (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.).

(b) Placa de disco

40 DDR (1): anchura de paleta 2,0 mm, anchura de ranura 3,0 mm, razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura 0,67.

DDR (2): anchura de paleta 3,5 mm, anchura de ranura 2,0 mm, razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura 1,75.

(iii) Condiciones de tratamiento

45 Usando los DDR de las especificaciones mencionadas anteriormente, se realizó el tratamiento de la suspensión con

un refinador de disco. Para el tratamiento, el flujo se estableció a 0,80 m³/min., y las condiciones de carga se cambiaron dependiendo del tiempo de tratamiento tal como se muestra en la tabla 2 a continuación. El número de veces de pases a través de los DDR se calculó a partir del flujo y el tiempo de tratamiento.

Tabla 2

Tiempo de tratamiento (min.)	de 0 a 27,5	de 27,5 a 55,5	de 55 a 165	de 165 a 275
N.º de pases a través de los DDR (veces)	de 1 a 5	de 6 a 10	de 11 a 20	de 21 a 30
Cargas del DDR (1) (kW)	165	160	40 Placa de disco en estado liberado	40 Placa de disco en estado liberado
Cargas del DDR (2) (kW)	160	155	155	150

2. Evaluación de las fibras de celulosa microfibrilada

Cuando el número de pases de los DDR fue 0, 5, 10, 15 y 30, respectivamente, se midió una suspensión de muestra de 1 L tomada cada una de las suspensiones obtenidas mediante el tratamiento en cuanto a longitud de fibra promedio en número, retención de agua y refino.

Asimismo, se midió la muestra tomada de la suspensión en el número de pases de 30 en cuanto a distribución de la longitud de fibra y viscosidad y estabilidad con el tiempo del líquido de dispersión de agua además de la longitud de fibra promedio en número, retención de agua y refino.

A continuación se describen los métodos de medición:

(1) Longitud de fibra promedio en número y distribución de la longitud de fibra

A partir de las muestras mencionadas anteriormente, se tomó una cantidad extremadamente pequeña de suspensión con una espátula y se añadió agua de intercambio iónico hasta obtener una suspensión diluida de aproximadamente el 0,03% en peso. Esta suspensión diluida se introdujo en un vaso de precipitados de 500 mL de capacidad para obtener una muestra de prueba.

Se midieron la longitud de fibra promedio en número y la distribución de la longitud de fibra usando el aparato de medición de distribución de la longitud de fibra de Kajaani (fabricado por Kajaani, Finlandia) según Paper and Pulp Testing Methods N.º 52 "Pulp and Paper - Fiber Length Testing Method - Automated Optical Measuring Method" de JAPAN TAPPI".

Se obtuvo la longitud de fibra promedio en número sumando las longitudes de todas las fibras de celulosa existentes en una muestra y dividiendo la suma por el número de fibras.

Además, se calcularon los porcentajes de fibras así sumados con un paso de 0,10 mm entre 0,00 mm y 3,00 mm, y se calcularon las razones del número de fibras de celulosa cuya longitud de fibra promedio en número es de 0,30 mm o más larga y del número de fibras de celulosa cuya longitud de fibra promedio en número es de 0,20 mm o más corta frente al número total de fibras de celulosa, respectivamente.

(2) Retención de agua

La suspensión de aproximadamente 200 mL se tomó de la muestra mencionada anteriormente, y se añadió agua de intercambio iónico hasta obtener una suspensión diluida del 1,5% en peso. Esta suspensión diluida se introdujo en un vaso de precipitados de 500 mL de capacidad y se ajustó a la temperatura de 20°C, que se usó como la muestra de prueba.

Se midieron 50 mL de la muestra de prueba y se introdujeron en un tubo de ensayo de centrifuga (30 mm de diámetro interior x 100 mm de longitud, escala de volumen de 50 mL), se centrifugaron durante 10 minutos a 2000 G (3000 rpm) y luego se leyó el volumen del precipitado, y se obtuvo la retención de agua usando la fórmula (1) anterior. Obsérvese que el peso seco absoluto de fibras de celulosa se obtuvo pesando el precipitado cuando alcanza un peso constante tras secarse térmicamente.

(3) Refino

Se tomaron aproximadamente 100 mL de suspensión de la muestra mencionada anteriormente, y se añadió el agua de intercambio iónico hasta obtener una suspensión diluida del 0,3% en peso. Se midió de manera precisa esta suspensión diluida de 1000 mL y se introdujo en un cilindro de medición de 1000 mL de capacidad para obtener una muestra de prueba. La muestra de prueba se midió para determinar la temperatura con la precisión de 0,5°C

Se midió el refino de la muestra de prueba según la norma T-227 de TAPPI. Específicamente, la cantidad de agua descargada del tubo lateral se midió con un cilindro de medición, que se corrigió para las condiciones normales de temperatura de 20°C según la temperatura de la muestra de prueba, que se entendió que era el refino (mL).

(4) Viscosidad del líquido de dispersión de agua

Se tomó una suspensión de aproximadamente 60 mL de la muestra mencionada anteriormente, y se añadió agua de intercambio iónico hasta obtener una suspensión diluida del 0,50% en peso. Esta suspensión diluida de 500 mL se introdujo en un vaso de precipitados de 200 mL de capacidad y se ajustó a 20°C para obtener la muestra de prueba.

- 5 Se midió la viscosidad de la muestra de prueba con un viscosímetro rotatorio de tipo Brookfield que es un viscosímetro rotatorio de tipo de cilindro único tal como se define en el documento JIS Z8803 "Viscosity Measuring Methods". Las mediciones se realizaron usando un rotor n.º 2 que rota a 12 rpm y el valor a 30 segundos tras el comienzo de la rotación se tomó como la viscosidad (mPa.s). Las mediciones se repitieron cinco veces y se calculó su promedio.

10 (5) Estabilidad con el tiempo del líquido de dispersión de agua

- Se tomó una suspensión de aproximadamente 30 mL de la muestra mencionada anteriormente, y se añadió agua de intercambio iónico hasta obtener una suspensión diluida del 0,50% en peso. Se midieron de manera precisa 200 mL de esta suspensión diluida y se introdujeron en un cilindro de medición de 200 mL de capacidad. La parte de abertura del cilindro de medición se selló para evitar que el agua se evaporara. Posteriormente, se colocó el cilindro de medición y se dejó reposar en un baño controlado a 20°C para ajustar la temperatura del cilindro de medición.

Tras 24 horas, se leyó visualmente el volumen (h) del líquido sobrenadante transparente y mediante la siguiente fórmula (2) se obtuvo la tasa de precipitación. Cuanto menores sean las tasas de precipitación, mejor será la estabilidad con el tiempo.

$$\text{Tasa de precipitación (\%)} = h \text{ (mL)} / 200 \text{ (mL)} \times 100 \quad (2)$$

- 20 Los resultados de la evaluación se muestran en las figuras 2, 3 y 5 y en la tabla 3.

Tal como se muestra claramente en las figuras 2, 3 y 5 y en la tabla 3, llevando a cabo el método de fabricación de la presente invención, pudieron obtenerse fibras de celulosa microfibrilada cuya longitud de fibra promedio en número es de 0,2 mm o menos y cuya retención de agua es de 10 mL/g o más.

- 25 Además, el 95% o más de las fibras de celulosa microfibrilada obtenidas mediante el método de fabricación de la presente invención (siendo 30 el número de pases de los DDR) tienen 0,20 mm de longitud de la fibra, lo que demuestra que la presente invención puede producir fibras cortas de manera estable. Además, la viscosidad de su líquido de dispersión de agua es de 150 mPa.s en la condición en que la dispersión se haya diluido hasta el 0,50% en peso, lo que demuestra que tales fibras obtenidas se han hecho altamente viscosas. Además, la estabilidad con el tiempo de tal líquido de dispersión de agua es del 2,0% en cuanto a precipitación tras 24 horas, lo que demuestra que la estabilidad es extremadamente alta.

Tabla 3

Longitud de fibra promedio en número (mm)	0,16
Distribución de la longitud de fibra	0,30 mm o más: 1% o menos 0,20 mm o menos: 95% o más
Retención de agua (mL/g)	31
Viscosidad del 0,50% en peso del líquido de dispersión de agua (20°C) mPa.s	150
Estabilidad con el tiempo del líquido de dispersión de agua (20°C) (tasa de precipitación (%))	2,0

(Ejemplo 2)

1. Fabricación de fibras de celulosa microfibrilada

- 35 Se fabricaron fibras de celulosa microfibrilada usando el aparato de fabricación de la presente invención que comprende un desintegrador dotado de una sección de dilución, un DDR y un baño de depósito, tal como se muestra en la figura 8 (D).

(1) Etapa de desfibración

- 40 Un desintegrador (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.) de 9 m³ de capacidad total cuyo número de rotaciones de agitación puede controlarse mediante un inversor que tiene una sección de desintegrador de 6 m³ de capacidad y una sección de dilución de 3 m³ de capacidad se llenó con agua a 5,6 m³, y cuando se hizo circular el agua, se colocaron en el desintegrador 409 kg (siendo 354 kg el peso seco absoluto) de reserva de papel higiénico (fabricado por Oji Paper Mfg. Co., Ltd.), que era una pasta batida y fibrilada que tiene un contenido en agua de 13,4% en peso, y se desfibraron en el mismo. La agitación en la operación de desfibración fue al número máximo de revoluciones.

- 45 La concentración de la suspensión fue del 5,9% en peso y la temperatura fue de 18°C.

Tras realizar la operación de desfibración durante 15 minutos, el agua de dilución se colocó en la suspensión para

ajustar la concentración al 4,5% en peso.

(2) Etapa de tratamiento con el refinador de disco

(i) Especificaciones del DDR

(a) Cuerpo principal del DDR

5 Modelo AWN 20 de 190 kW (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.)

(b) Placa de disco

Anchura de paleta 2,5 mm, anchura de ranura 2,5 mm, y razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura 1,00.

(ii) Condiciones de tratamiento

10 Usando el DDR de las especificaciones descritas anteriormente, se realizó el tratamiento con refinador de disco de la suspensión. Para este tratamiento, se estableció la velocidad de flujo a 0,80 m³/min., y las condiciones de carga se cambiaron dependiendo del tiempo de tratamiento tal como se muestra en la tabla 4 a continuación. Los números de pases del DDR proporcionados en la tabla 4 se calcularon a partir de la velocidad de flujo y el tiempo de tratamiento.

15 Tabla 4

Tiempo de tratamiento (min.)	de 0 a 49	de 49 a 98	de 98 a 295
N.º de pases del DDR (veces)	de 1 a 5	de 6 a 10	de 11 a 30
Cargas del DDR (kW)	165	160	155

2. Evaluación de las fibras de celulosa microfibrilada

20 Cuando el número de pases de los DDR fue 0, 5, 10, 15 y 30, respectivamente, se midió una suspensión de muestra de 1 L tomada cada una de las suspensiones obtenidas mediante el tratamiento en cuanto a longitud de fibra promedio en número.

Asimismo, se midió la muestra tomada de la suspensión en el número de pases de 30 en cuanto a distribución de la longitud de fibra y retención de agua, así como la viscosidad y estabilidad con el tiempo del líquido de dispersión de agua además de la longitud de fibra promedio en número.

Los métodos de medición son los mismos que se aplicaron en el ejemplo 1 anterior.

25 Los resultados de la evaluación se muestran en la figura 9 y en la tabla 5.

Tal como se muestra claramente en la figura 9 y en la tabla 5, llevando a cabo el método de fabricación de la presente invención, pudieron obtenerse fibras de celulosa microfibrilada cuya longitud de fibra promedio en número es de 0,2 mm o menos y cuya retención de agua es de 10 mL/g o más.

30 Además, el 95% o más de las fibras de celulosa microfibrilada obtenidas mediante el método de fabricación de la presente invención (siendo 30 el número de pases de los DDR) tiene 0,20 mm de longitud de la fibra, lo que demuestra que la presente invención puede producir fibras cortas de manera estable. Además, la viscosidad de su líquido de dispersión de agua es de 140 mPa.s en la condición en que la dispersión se haya diluido hasta el 0,50% en peso, lo que demuestra que tales fibras obtenidas se han hecho altamente viscosas. Además, la estabilidad con el tiempo de tal líquido de dispersión de agua es del 2,0% en cuanto a precipitación tras 24 horas, lo que demuestra que es extremadamente estable.

35 Obsérvese que el número de pases de los DDR incluso en el caso de la pasta ya batida y fibrilada (ejemplo 2) no fue muy diferente de en el caso de una pasta no batida (ejemplo 1), en cuanto al número de pases del DDR en el momento en que la longitud de fibra promedio en número alcanzó 0,2 mm o menos.

Tabla 5

Longitud de fibra promedio en número (mm)	0,15
Distribución de la longitud de fibra	0,30 mm o más: 1% o menos 0,20 mm o menos: 95% o más
Retención de agua (mL/g)	31
Viscosidad del 0,50% en peso del líquido de dispersión de agua (20°C) (mPa.s)	140
Estabilidad con el tiempo del líquido de dispersión de agua (20°C) (tasa de precipitación (%))	2,0

(Ejemplo 3)

1. Fabricación de fibras de celulosa microfibrilada

Se fabricaron fibras de celulosa microfibrilada con el aparato de fabricación de la presente invención que comprende un desintegrador dotado de una sección de dilución, dos DDR dispuestos en serie y un baño de depósito, tal como se muestra en la figura 8 (E).

(1) Etapa de desfibración

Un desintegrador (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.) de 8 m³ de capacidad total cuyo número de rotaciones de agitación pueden controlarse mediante un inversor que tiene una sección desintegrador de 6 m³ de capacidad y una sección de dilución de 2 m³ de capacidad se llenó con agua a 2,77 m³, y mientras se hizo circular agua, se colocaron en el desintegrador 200 kg (siendo 177 kg el peso seco absoluto) de lámina de LBKP (fabricada por Domtar, Inc., EE.UU., con la marca comercial "St. Croix"), cuyo contenido en agua es del 11,5% en peso, y se desfibraron en el mismo a la concentración de la suspensión del 6,0% en peso. La temperatura de la suspensión en ese momento fue de 20°C.

Tras realizar la operación de desfibración durante 15 minutos, se añadió agua para ajustar la concentración de la suspensión al 2,95% en peso. El volumen total de la suspensión en el desintegrador fue de 6,0 m³.

(2) Etapa de tratamiento con el refinador de disco

(i) Especificaciones del DDR

El DDR (1) y el DDR (2) tenían la misma especificación que se indican a continuación en cuanto al cuerpo principal del DDR y el disco.

(a) Cuerpo principal del DDR

Modelo AWN 14 de 75 kW (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.)

(b) Placa de disco

Anchura de paleta 2,0 mm, anchura de ranura 3,0 mm, y razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura 0,67.

(ii) Condiciones de tratamiento

Usando los DDR de las especificaciones descritas anteriormente, se realizó el tratamiento con refinador de disco de la suspensión. Para este tratamiento, se estableció la velocidad de flujo a 0,50 m³/min., y la holgura (tal como se indica) se aumentó dependiendo del tiempo de tratamiento tal como se muestra en la tabla 6 a continuación. Esto fue para el fin de aplicar una cizalla apropiada a las fibras de celulosa teniendo en cuenta una posible expansión térmica producida por la elevación en la temperatura. El número de pases de los DDR proporcionados en la tabla 6 se calcularon a partir de la velocidad de flujo y el tiempo de tratamiento.

Tabla 6

N.º de pases de los DDR	de 1 a 10	de 11 a 22			de 21 a 80		
Tiempo de tratamiento (min.)	de 0 a 60	de 60 a 80	de 80 a 95	de 95 a 120	de 120 a 150	de 150 a 250	de 250 a 480
Holgura entre DDR(1) y (2) (mm)	0,18	0,20	0,22	0,24	0,24	0,27	0,30
Temperatura de la suspensión (°C)	22 (comienzo) 32 (60 min.)	39 (80 min.)	48 (95 min.)	55 (120 min.)	60 (150 min.)	66 (250 min.)	70 (480 min.)

2. Evaluación de las fibras de celulosa microfibrilada

Cuando el número de pases de los DDR fue 0, 20, 40, 60 y 80, respectivamente, se midió una suspensión de muestra de 1 L tomada cada una de las suspensiones obtenidas mediante el tratamiento en cuanto a longitud de fibra promedio en número, retención de agua y viscosidad de líquido de dispersión de agua.

Los métodos de medición son los mismos que se aplicaron en el ejemplo 1 anterior.

Los resultados de la evaluación se muestran en las figuras 4, 6 y 7.

Tal como se muestra claramente en las figuras 4 y 6, llevando a cabo el método de fabricación de la presente invención, pudieron obtenerse fibras de celulosa microfibrilada cuya longitud de fibra promedio en número es de 0,2 mm o menos y cuya retención de agua es de 10 mL/g o más.

En este ejemplo, la longitud de fibra promedio en número se acortó rápidamente hasta que el número de pases de los DDR se aumentó hasta 20 veces, pero más allá de eso, la longitud de fibra promedio en número no se acortó significativamente y se mantuvo casi constante en aproximadamente 0,15 mm (véase la figura 4) .

Asimismo, la retención de agua y la viscosidad de líquido de dispersión de agua mostraron una tendencia similar, y aumentaron gradualmente dependiendo del número de pases de los DDR. (véanse las figuras 6 y 7).

(Ejemplo 4)

1. Fabricación de fibras de celulosa microfibrilada

Se fabricaron fibras de celulosa microfibrilada con el aparato de fabricación de la presente invención que comprende un desintegrador dotado de una sección de dilución, un DDR y un baño de depósito, tal como se muestra en la figura 8 (D).

(1) Etapa de desfibración

Un desintegrador (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.) de 3,5 m³ de capacidad total cuyo número de rotaciones de agitación puede controlarse mediante un inversor que tiene una sección de desintegrador de 2 m³ de capacidad y una sección de dilución de 1,5 m³ de capacidad se llenó con agua a 1,79 m³, y cuando se hizo circular el agua, se colocaron en el desintegrador 102 kg (siendo 90 kg el peso seco absoluto) de lámina de LBKP (fabricada por Domtar, Inc., EE.UU., con la marca comercial "St. Croix"), cuyo contenido en agua es del 12,0% en peso, y se desfibraron en el mismo a la concentración de la suspensión del 5,0% en peso. La temperatura de la suspensión en ese momento fue de 21°C.

Tras realizar la operación de desfibración durante 15 minutos, se añadió agua para ajustar la concentración de la suspensión al 3,0% en peso. En otras palabras, la cantidad de la suspensión en el desintegrador fue de 3,0 m³.

(2) Etapa de tratamiento con el refinador de disco

(i) Especificaciones del DDR

(a) Cuerpo principal del DDR

Modelo AWN 14 de 75 kW (fabricado por Aikawa Tekkou Co., Ltd.)

(b) Placa de disco

Anchura de paleta 2,0 mm, anchura de ranura 3,0 mm, y razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura 0,67.

(ii) Condiciones de tratamiento

Usando el DDR de las especificaciones descritas anteriormente, se realizó el tratamiento con refinador de disco de la suspensión. Para este tratamiento, se estableció la velocidad de flujo a 0,50 m³/min., y se cambió la holgura (tal como se indica) dependiendo del tiempo de tratamiento tal como se muestra en la tabla 7 a continuación. El DDR durante la operación en el estado liberado tuvo una holgura de 11,2 mm y una carga de 130 A. Los números de pases del DDR proporcionados en la tabla 7 se calcularon a partir de la velocidad de flujo y el tiempo de tratamiento.

Tabla 7

N.º de pases del DDR (veces)	de 1 a 20	de 21 a 55			de 56 a 90	
Tiempo de tratamiento (min.)	de 0 a 120	de 120 a 150	de 150 a 280	de 280 a 330	de 330 a 410	de 410 a 540
Holgura del DDR (mm)	0,12	0,12	0,15	0,18	0,21	0,24
Cargas del DDR (A)	245 (comienzo) 150(120 min.)	140 (150 min.)	130 (280 min.)	130 (330 min.)	130 (410 min.)	130 (540 min.)
Temperatura de la suspensión (°C)	20(comienzo) 45(120 min.)	52 (150 min.)	57 (280 min.)	64 (330 min.)	68 (410 min.)	72 (540 min.)

2. Número de pases del DDR

En la tabla 7 se muestra el número de pases del DDR, el tiempo de tratamiento, la holgura del DDR, la carga del DDR y la temperatura de la suspensión.

5 Tal como se muestra en la tabla 7, cuanto más aumentó el número de pases del DDR, más fuerte fue la aplicación de la carga, y específicamente cuando el número de pases del DDR fue superior a 50, sólo pudo aplicarse la misma carga que se aplicó durante la operación en el estado liberado de placas de disco, pero el control del procedimiento para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada con el método de la presente invención pudo realizarse fácilmente controlando de manera apropiada la holgura teniendo en cuenta el grado de microfibrilación de las fibras de celulosa, la expansión térmica de la placa de disco y similares.

10 3. Evaluación de las fibras de celulosa microfibrilada

Cuando el número de pases de los DDR fue 0, 20, 40, 60 y 80, respectivamente, se midió una suspensión de muestra de 1 L tomada cada una de las suspensiones obtenidas con el tratamiento en cuanto a longitud de fibra promedio en número, retención de agua y viscosidad de líquido de dispersión de agua.

Los métodos de medición son los mismos que se aplicaron en el ejemplo 1 anterior.

15 No se muestran los resultados de la evaluación, pero fueron casi idénticos a los mostrados en el ejemplo 3 anterior en las figuras 4, 6 y 7.

REIVINDICACIONES

1. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada de 0,2 mm o menos en cuanto a la longitud de fibra promedio en número y de 10 mL/g o más en cuanto a la retención de agua que indica el volumen de agua que puede retenerse por un peso unitario de fibras de celulosa, sometiendo la suspensión que contiene una pasta con una concentración de componente sólido del 1 al 6% en peso a tratamiento con un refinador de disco 10 veces o más.
5
2. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 1, en el que dicho tratamiento con un refinador de disco se realiza de 30 a 90 veces.
3. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 1 ó 2, en el que la longitud de fibra promedio en número de dichas fibras de celulosa microfibrilada es de 0,1 a 0,2 mm y la retención de agua de dichas fibras de celulosa microfibrilada es de 25 a 35 mL/g.
10
4. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la concentración de componente sólido de dicha suspensión es del 1 al 4% en peso.
5. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 4, en el que dicha suspensión es una suspensión obtenida por dilución con etanol o una mezcla de etanol y agua.
15
6. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se emplea un refinador de disco.
7. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se emplean dos refinadores de disco y el número total de tratamientos con un primer refinador de disco y con un segundo refinador de disco es 10 veces o más, en el que tras realizar una vez o más dicho tratamiento con el primer refinador de disco, se realiza una vez o más dicho tratamiento con el segundo refinador de disco.
20
8. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se emplean dos refinadores de disco y el número total de tratamientos con un primer refinador de disco y con un segundo refinador de disco es 10 veces o más, en el que se repite 5 veces o más una operación en la que tras realizar una vez dicho tratamiento con el primer refinador de disco, se realiza una vez dicho tratamiento con el segundo refinador de disco.
25
9. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 7 u 8, en el que dicho primer refinador de disco y dicho segundo refinador de disco son del mismo tipo.
10. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 7 u 8, en el que dicho primer refinador de disco y dicho segundo refinador de disco son diferentes en al menos uno seleccionado de un grupo que consiste en la anchura de paleta, la anchura de ranura y la razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura de la placa de disco.
30
11. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que como dicho refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 3,0 mm o menos de anchura de paleta y 1,0 o menos de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura.
35
12. Método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 10, en el que como dicho primer refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 2,5 mm o menos de anchura de paleta y 1,0 o menos de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura y como dicho segundo refinador de disco, se emplea un refinador de disco que tiene una placa de disco de 2,5 mm o más de anchura de paleta y 1,0 o más de razón de anchura de paleta con respecto a anchura de ranura.
40
13. Fibras de celulosa microfibrilada que pueden obtenerse mediante el método para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en las que la longitud de fibra promedio en número es de 0,2 mm o menos y la retención de agua que indica el volumen de agua que puede retenerse por fibras de celulosa de un peso unitario es de 10 mL/g o más.
45
14. Aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 13, dotado de un dispositivo de desfibración,
50
un baño de circulación conectado a dicho dispositivo de desfibración,
un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando dicha entrada conectada a dicho baño de circulación, y

- un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco,
estando la salida de dicho refinador de disco también conectada a dicho baño de circulación,
en el que dicho dispositivo de desfibración desfibra láminas de pasta suministradas para dar una suspensión,
- 5 dicho baño de circulación almacena temporalmente la suspensión,
dicho refinador de disco trata dicha suspensión suministrada desde dicho baño de circulación,
dicha suspensión tratada con dicho refinador de disco se suministra a dicho baño de circulación, y luego dicha suspensión se suministra a dicho refinador de disco, mediante lo cual el tratamiento con dicho refinador de disco se realiza cíclicamente, y tras realizar el tratamiento 10 veces o más, dicha suspensión se suministra a dicho baño de depósito en un momento establecido.
- 10
15. Aparato para la fabricación de fibras de celulosa microfibrilada según la reivindicación 13, dotado de
un dispositivo de desfibración,
un refinador de disco que tiene una entrada y una salida estando dicha entrada conectada a dicho dispositivo de desfibración, y
- 15 un baño de depósito conectado a dicha salida de dicho refinador de disco,
estando la salida de dicho refinador de disco también conectada a dicho dispositivo de desfibración,
en el que dicho dispositivo de desfibración desfibra láminas de pasta suministradas para dar una suspensión,
dicho refinador de disco trata dicha suspensión suministrada desde dicho dispositivo de desfibración,
- 20 dicha suspensión tratada con dicho refinador de disco se suministra a dicho dispositivo de desfibración, y luego dicha suspensión se suministra a dicho refinador de disco, mediante lo cual el tratamiento con dicho refinador de disco se realiza cíclicamente, y tras realizar el tratamiento 10 veces o más, dicha suspensión se suministra a dicho baño de depósito en un momento establecido.

FIG. 1

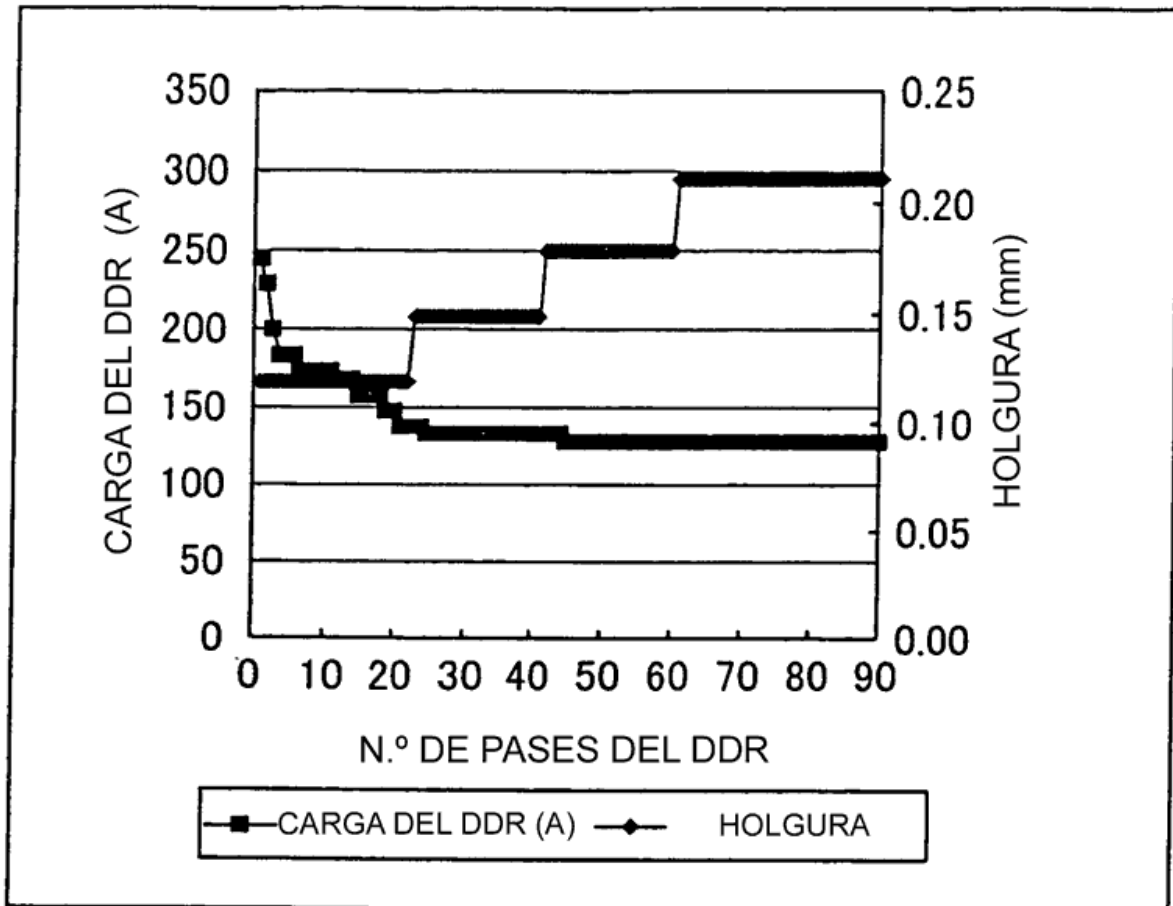


FIG. 2

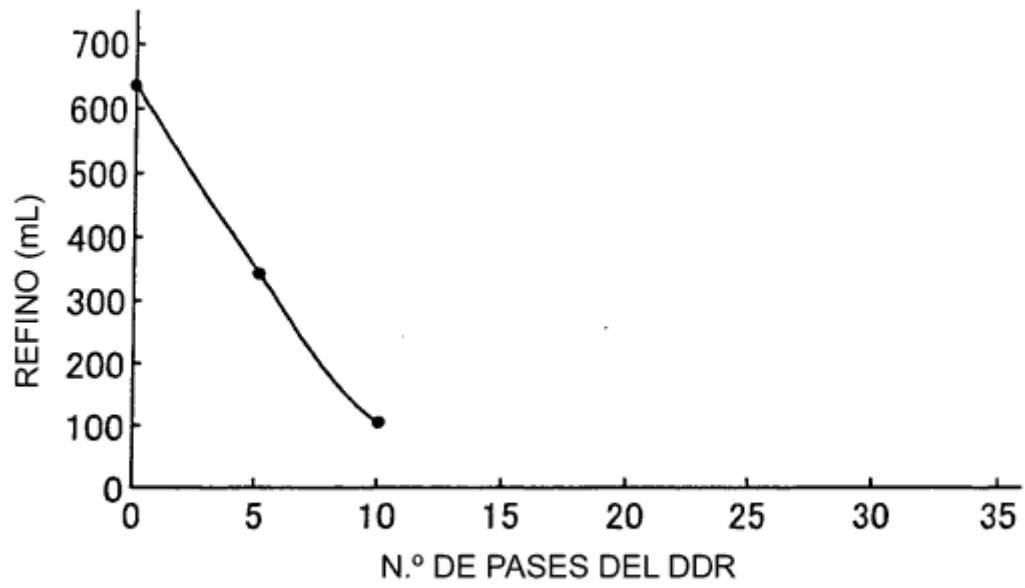


FIG. 3

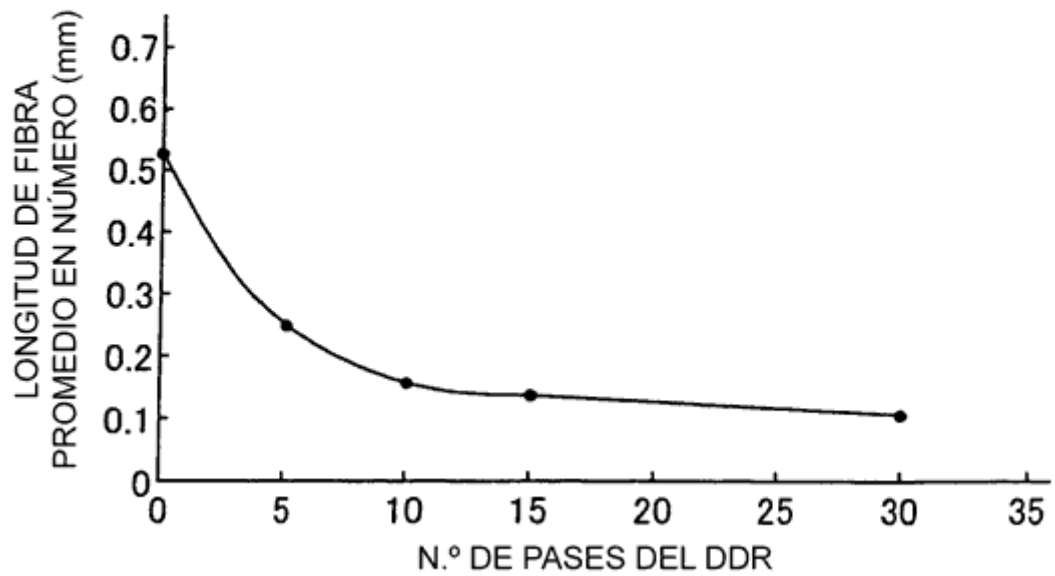


FIG. 4

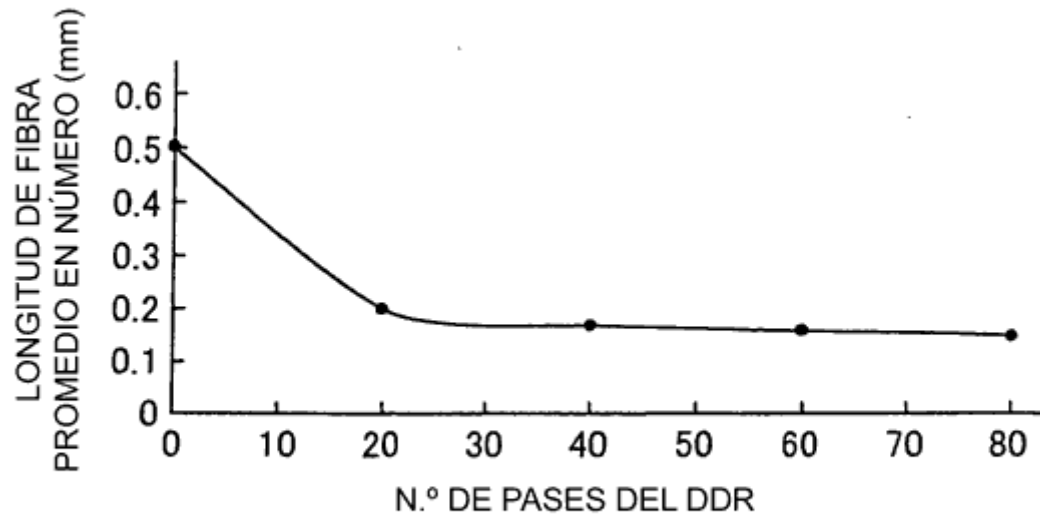


FIG. 5

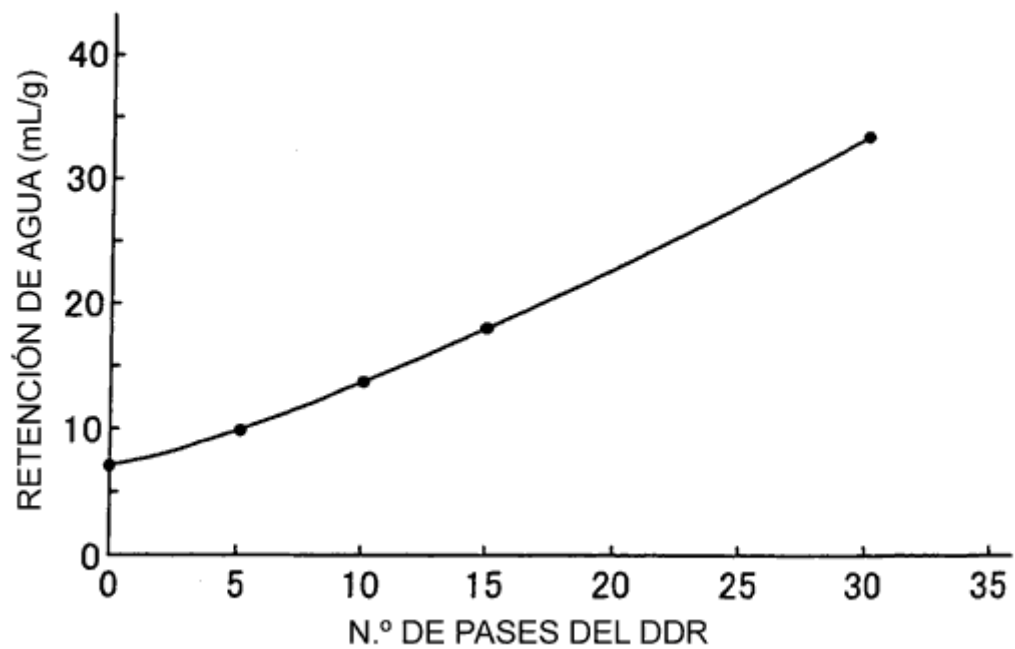


FIG. 6

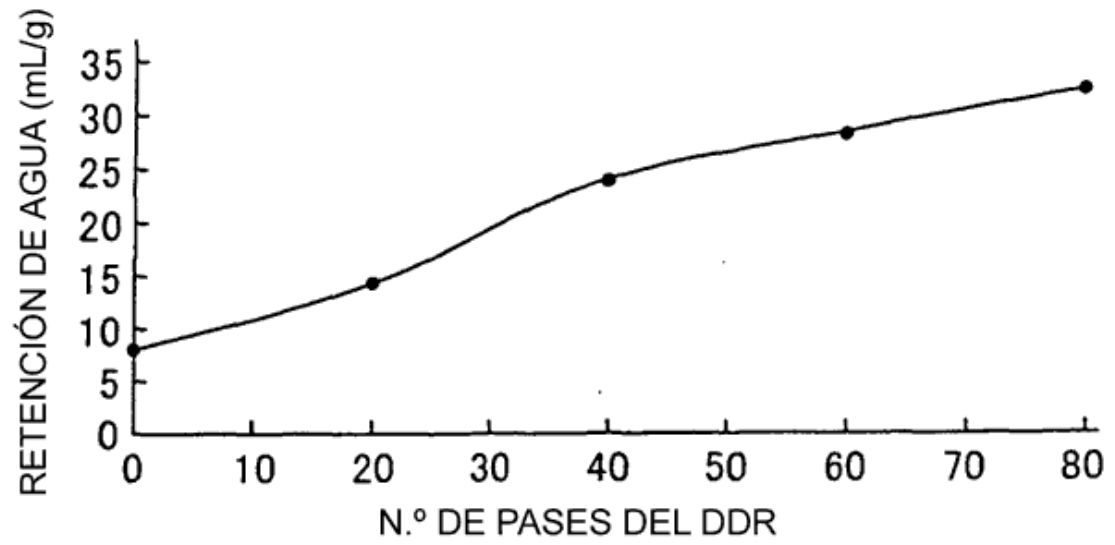


FIG. 7

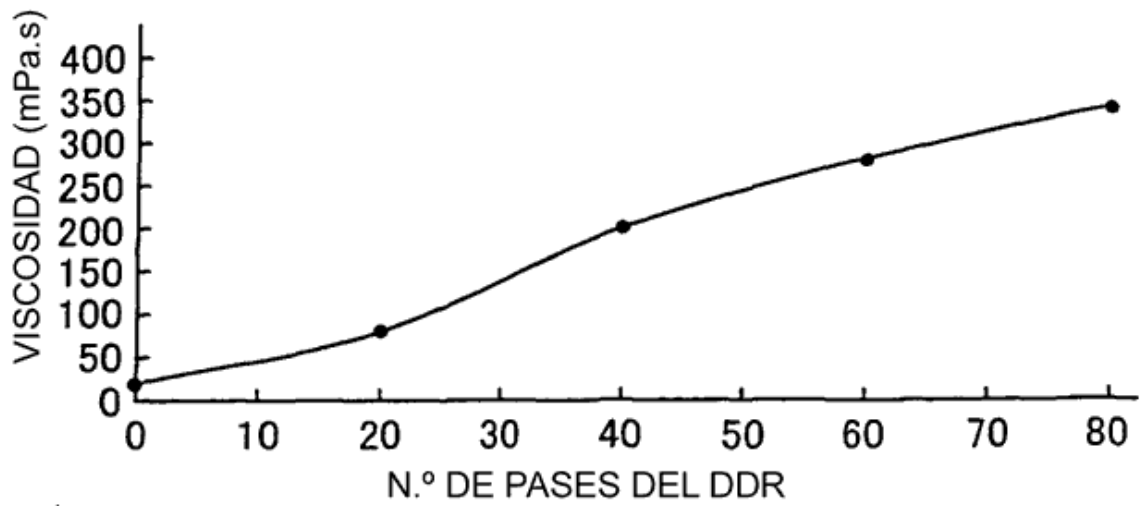


FIG. 8

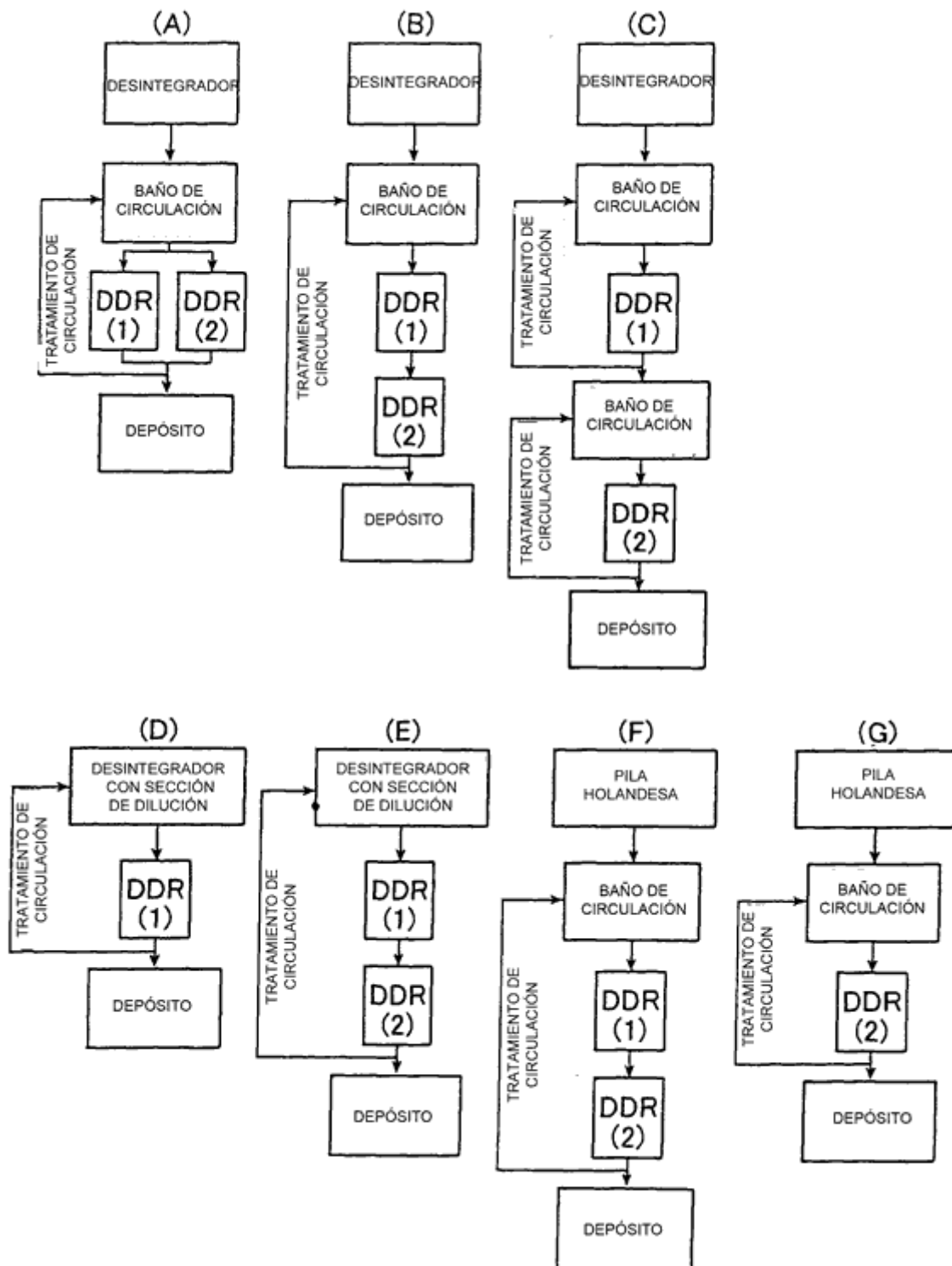


FIG. 9

