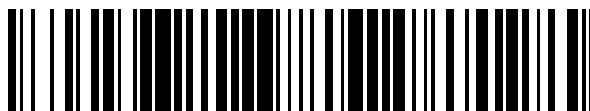


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 386 045**

21 Número de solicitud: 201230663

51 Int. Cl.:

C08B 15/00 (2006.01)

D21C 5/02 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación: **03.05.2012**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **07.08.2012**

43 Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
07.08.2012

71 Solicitante/s:
SAICA PACK, S.L.
San Juan de la Peña, 144
50015 Zaragoza, ES

72 Inventor/es:
GONZALEZ ALONSO, Susana;
GONZALEZ ALVAREZ, Azucena;
MENA DIAZ DE CORCUERA, Alberto;
GONZALEZ MIGUEL, Pablo;
CRESPO MIÑANA, Ana Cristina y
IBARZ RIC, Gemma

74 Agente/Representante:
Hernández Hernández, Carlos

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE CELULOSA NANOFIBRILADA A PARTIR DE PAPEL RECUPERADO**

57 Resumen:

Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado.

Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada que partiendo de una materia prima consistente en papel reciclado o recuperado o pasta de papel recuperado o de celulosa recuperada comprende las etapas de, sumergir la materia prima en una dilución de ácido acético, en una concentración de entre 10% al 50% en volumen, durante un tiempo inverso a la concentración de ácido acético, agitar la materia prima sumergida en la dilución de ácido acético, y posteriormente someter al material celulósico a un proceso mecánico de separación longitudinal de las fibras, mediante fuerzas de cizalla aplicadas mediante una mezcladora amasadora o equipamiento similar capaz de crear la cizalla suficiente sobre pasta de celulosa. Gracias al procedimiento descrito se consigue obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel reciclado con características similares a la celulosa nanofibrilada obtenida a partir de celulosa virgen.

ES 2 386 045 A1

DESCRIPCION

Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado

5 OBJETO DE LA INVENCION

Es objeto de la presente invención, tal y como el título de la invención establece, un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado, o de pasta de papel recuperado o de celulosa recuperada.

10 Caracteriza a la presente invención, tanto la materia prima de partida como las características técnicas de algunas de las etapas, de manera que todas las características en conjunto permiten obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado.

15 Por lo tanto, la presente invención se circunscribe dentro del ámbito de los procedimientos de obtención de celulosa nanofibrilada.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

20 En el estado de la técnica son conocidos diferentes documentos que describen diferentes procedimientos de obtención de celulosa nanofibrilada.

25 En la patente US4483743, se obtiene celulosa nanofibrilada a partir de una suspensión líquida de celulosa virgen, que es sometida a un tratamiento previo de calentamiento de entre 50°C a 80°C, siendo procesada mediante el paso por un homogeneizador de alta presión.

En la patente WO2011051882 A1, se describe un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada que se obtiene a partir de algodón, cereales, maderas duras y blandas, que son sometidas a un pre-tratamiento con enzimas, siendo procesadas mediante una extrusora de doble husillo.

30 En patente WO2010/149711 A2, la materia prima de la que se parte para la obtención de celulosa nanofibrilada es papel blanco reciclado, papel coloreado de diferentes colores o papeles blanqueados, que son sometidos a un tratamiento previo que comprende el uso de una trituradora de papel con un molino de martillos intercambiables adecuado para la preparación de cañamo, pajas de cereales y otros materiales lignocelulósicos, vinculados a la separación de material extraño (contrario) (madera, metal, piedras, plásticos, etc) y un sistema de limpieza, incluyendo la eliminación de polvo.

40 Finalmente, en la patente WO2011055148 se describe un aparato y un método para el procesado de fibras de celulosa, que deja muy abierta la fuente de material celulósico, no empleando solamente papel, utilizando unos tratamientos previos similares a los de la anterior patente.

Sin embargo, en ninguna de las patentes anteriores se describe un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada que parta de papel recuperado, obteniendo una celulosa nanofibrilada que tenga unas características similares a la obtenida a partir de celulosa virgen.

45 Por lo tanto, es objeto de la presente invención desarrollar un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada que, partiendo de material reciclado, consiga una celulosa con características similares a la obtenida a partir de celulosa virgen, desarrollando un procedimiento como el que a continuación se describe y queda recogido en su esencialidad en la reivindicación primera.

50 DESCRIPCION DE LA INVENCION

55 La invención tiene por objeto un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada obtenida a partir de papel recuperado. La característica distintiva respecto del estado de la técnica, no reside únicamente en el hecho de que se parta de papel recuperado, o de pasta de papel recuperado o de celulosa recuperada sino en las etapas a las que ha tenido que ser sometida dicha materia prima con objeto de conseguir celulosa nanofibrilada con características similares a la obtenida a partir de celulosa virgen.

60 Para ello, se hace necesario someter a la materia prima a un procedimiento que comprende una etapa de pretratamiento químico, y una segunda etapa de tratamiento mecánico.

65 La etapa de pretratamiento químico busca dos objetivos, por un lado el debilitamiento de la fibra de celulosa y, por otro lado, la eliminación de cargas inorgánicas que pueden ejercer de promotoras de aglomeración de las fibras, es decir, se busca una purificación, eliminando las cargas minerales sin atacar a las fibras mediante la eliminación de los carbonatos, entre otras cargas minerales.

De entre todos los productos experimentados y buscados se ha considerado que el producto que limpia todas las fibras del material celulósico original de toda la mayor parte de carga mineral, es el ácido acético, siendo sumergida la materia prima en una dilución de ácido acético durante un tiempo y siendo sometida a un proceso de agitación.

5

La segunda etapa consta de un tratamiento mecánico en el que se aplican unas fuerzas de cizalla con el objetivo de separar longitudinalmente y de forma completa las fibras de celulosa ya debilitadas en el paso previo.

10

La aplicación de las fuerzas de cizalla para separar longitudinalmente las fibras se puede realizar mediante una mezcladora amasadora o equipamiento similar de crear la cizalla suficiente sobre pasta de celulosa.

Por lo tanto, el procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada objeto de la invención, que partiendo de una materia prima consistente en papel reciclado o recuperado, comprende las etapas de:

15

- 1) sumergir la materia prima en una dilución de ácido acético.
- 2) agitar la materia prima sumergida en la dilución de ácido acético.
- 3) someter al material celulósico a un proceso mecánico de separación de las fibras de celulosa ya debilitadas.

20

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

25

Para la realización preferente de la invención, la dilución de ácido acético en la que se sumerge la materia prima, (papel recuperado, o pasta de papel recuperado o de celulosa recuperada) tendrá una dilución en volumen de entre el 10% al 50%, pudiendo incluso emplearse diluciones menores o mayores, dependiendo del tiempo que la materia prima esté inmersa en la dilución. A menor dilución mayor tiempo de inmersión y viceversa.

30

El tiempo que permanece inmersa la materia prima en la dilución de ácido acético será inverso a la concentración de ácido acético en la dilución, indicando simplemente como referencia y no valor limitativo, que para una dilución al 35% en volumen de ácido acético, el tiempo conveniente que está sumergida la materia prima es de 20 minutos.

35

En ningún caso los datos de la dilución de ácido acético y el tiempo necesario que la materia prima está sumergida deben ser tomados como limitativos, siendo ajustados según conveniencia y teniendo en cuenta la relación inversa de ambos, pudiéndose llegar a valores más precisos tras la caracterización de la celulosa obtenida analizando las características físico-químicas.

40

En cuanto al procesado mecánico para la separación longitudinal de las fibras, se puede realizar mediante la aplicación de fuerzas de cizalla, que a su vez pueden ser aplicadas, de entre otros métodos, mediante una mezcladora amasadora o equipamiento similar capaz de crear la cizalla suficiente sobre pasta de celulosa. La velocidad de la amasadora estará comprendida en un rango de entre 20 a 600 rpm.

45

La humedad de la pasta obtenida estará comprendida en un rango de entre el 30% al 50%, mientras que la temperatura a la que puede llevarse el proceso está comprendido entre 25°C hasta 95°C.

Descrita suficientemente la naturaleza de la presente invención, así como la manera de ponerla en práctica, se hace constar que, dentro de su esencialidad, podrá ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba, siempre que no altere, cambie o modifique su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada caracterizado porque partiendo de una materia prima consistente en papel reciclado o recuperado o en pasta de papel recuperado, en celulosa recuperada, comprende las etapas de:
- 10 1) sumergir la materia prima en una dilución de ácido acético.
2) agitar la materia prima sumergida en la dilución de ácido acético.
3) someter al material celulósico a un proceso mecánico de separación longitudinal de las fibras.
- 15 2.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada, según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido acético presenta una dilución en volumen de ácido acético comprendida en un rango de entre 10% al 50%.
- 3.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el tiempo que permanece la materia prima en la dilución de ácido acético es inverso a la concentración de ácido acético en la dilución, a menor concentración de ácido acético en la dilución mayor tiempo de inmersión y viceversa.
- 20 4.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada, según la reivindicación 1 ó 2 ó 3, caracterizado porque el proceso de separación longitudinal de las fibras se lleva a cabo mediante aplicación de fuerzas de cizalla.
- 5.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la aplicación de las fuerzas de cizalla se lleva a cabo mediante una mezcladora amasadora o equipamiento similar capaz de crear la cizalla suficiente sobre pasta de celulosa.
- 25 6.- Procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada, según la reivindicación 6, caracterizado porque la amasadora tiene una velocidad de giro comprendida entre 20 a 600 rpm.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201230663

②② Fecha de presentación de la solicitud: 03.05.2012

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C08B15/00** (2006.01)
D21C5/02 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	Base de datos WPI, semana 198721, THOMSON SCIENTIFIC, LONDRES GB, [recuperado el 18/07/2012] Recuperado de EPOQUE, nº de acceso 1987-149259[21] & SU1261991 A (BEKI) 07/10/1986	1-3
A	ES 480805 A1 (THE WIGGINS TEAPE GROUP LIMITED) 16/01/1980, ejemplo 3	1-6
A	GB 827503 A (KRODEL) 03/02/1960, página 4, líneas 35-55	1-6
A	ES ES2041828 T3 (ACETOCELL) 01/12/1993, ejemplos 1 a 3	1-6
A	EP 2216345 A1 (THE UNIVERSITY OF TOKYO) 11/08/2010, párrafos 27 a 32, 57; ejemplo 1; reivindicaciones 1,5 y 8	1-6

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
19.07.2012

Examinador
M. Ojanguren Fernández

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08B, D21C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 19.07.2012

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 4-6	SI
	Reivindicaciones 1-3	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-6	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	Base de datos WPI, semana 198721, THOMSON SCIENTIFIC, LONDRES GB, [recuperado el 18/07/2012] Recuperado de EPOQUE, nº de acceso 1987-149259[21] & SU1261991 A (BEKI) 07/10/1986	

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente solicitud es un procedimiento de obtención de celulosa nanofibrilada que comprende las etapas de sumergir la materia prima (que puede ser papel reciclado, pasta de papel reciclado o celulosa recuperada) en una dilución de ácido acético, agitar la mezcla y someterla posteriormente a un proceso mecánico de separación longitudinal de las fibras.

El documento D1 divulga un procedimiento de preparación de celulosa que comprende una etapa en la que se mezcla celulosa con una solución de ácido acético y posteriormente se desintegra y se muele la pasta de celulosa.

Por lo tanto, a la vista de este documento, las reivindicaciones 1 a 3 de la presente solicitud no tienen novedad ni actividad inventiva. (art. 6.1 y 8.1 LP).

En cuanto a las características técnicas recogidas en las reivindicaciones 4 a 6 se consideran meras cuestiones prácticas obvias para un experto en la materia y por lo tanto dichas reivindicaciones carecen de actividad inventiva (art. 8.1 LP).