

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 535 645**

51 Int. Cl.:

D21H 19/52 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.05.2010 E 10727476 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.02.2015 EP 2350387**

54 Título: **Composición de relleno para papel**

30 Prioridad:

15.05.2009 GB 0908401

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

13.05.2015

73 Titular/es:

**IMERYS MINERALS LIMITED (100.0%)
Par Moor Centre, Par Moor Road
Par, Cornwall PL 24 2SQ, GB**

72 Inventor/es:

**HUSBAND, JOHN CLAUDE;
SVENDING, PER;
SKUSE, DAVID ROBERT;
MOTSI, TAFADZWA;
LIKITALO, MIKKO y
COLES, ALAN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 535 645 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

Composición de relleno para papel

Campo de la invención

5 La presente invención se relaciona con un método para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas adecuado para uso en un método para hacer papel o recubrir papel, y papeles rellenos o recubiertos hechos a partir de dicha suspensión acuosa.

Antecedentes de la invención

10 Materiales inorgánicos en partículas, por ejemplo un carbonato de metal alcalinotérreo (por ejemplo carbonato de calcio) o caolín, son ampliamente utilizados en un cierto número de aplicaciones. Estas incluyen la producción de composiciones que contienen minerales que pueden utilizarse en la manufactura de papel o de recubrimiento de papel. En productos de papel tales rellenos se agregan típicamente para reemplazar una porción de otros componentes más costosos del producto de papel. Los agentes de relleno también se pueden agregar con el objetivo de modificar los requerimientos físicos, mecánicos y/u ópticos de productos de papel. Claramente, cuanto mayor es la cantidad de agente de relleno que se puede incluir, mayor es el potencial de ahorro de costes. Sin embargo, la cantidad de relleno y el ahorro de costes asociado deben equilibrarse con las necesidades físicas, mecánicas y ópticas del producto de papel final. Así, hay una necesidad continua para el desarrollo de agentes de relleno para el papel que se pueden utilizar en un alto nivel de carga sin afectar negativamente a los requisitos físicos, mecánicos y/u ópticos de productos de papel. También hay una necesidad para el desarrollo de métodos para la preparación de tales agentes de relleno económicamente.

20 La presente invención busca proveer agentes de relleno alternativos y/o mejorados para productos de papel que pueden ser incorporados en el producto de papel a niveles de carga relativamente altos manteniendo al mismo tiempo o incluso mejorando las propiedades físicas, mecánicas y/u ópticas del producto de papel. La presente invención también busca proveer un método económico para la preparación de tales agentes de relleno. Como tal, los presentes inventores han encontrado sorprendentemente que un agente de relleno que comprende celulosa microfibrilada y un material inorgánico en partículas se puede preparar por métodos económicos y se puede cargar en productos de papel a niveles relativamente altos, mientras que se mantienen o incluso se mejoran las propiedades físicas, mecánicas y/u ópticas del producto final de papel.

30 Además, la presente invención busca abordar el problema de la preparación de celulosa microfibrilados de forma económica a escala industrial. Los métodos actuales de material de celulosa microfibrilada requieren cantidades relativamente altas de energía, debido en parte a la viscosidad relativamente alta del material de partida y el producto microfibrilado, y un proceso comercialmente viable para preparar celulosa microfibrilada a escala industrial ha demostrado ser difícil de alcanzar hasta ahora.

Resumen de la invención

35 De acuerdo con un primer aspecto, la presente invención está dirigida a un método para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, el método comprende una etapa de molienda de un sustrato fibroso que comprende celulosa en un medio acuoso en presencia de un material inorgánico en partículas y un medio de molienda para obtener celulosa microfibrilada que tiene una tendencia de fibra de 20 a 50. El término "medio de trituración" significa un medio diferente al material inorgánico en partículas.

40 De acuerdo con un segundo aspecto, la presente invención está dirigida a una suspensión acuosa adecuada para uso en un método para hacer papel o recubrir papel de recubrimiento obtenido por un método de acuerdo con el primer aspecto.

De acuerdo con un tercer aspecto, la presente invención está dirigida a una composición de hacer papel que comprende la suspensión acuosa del segundo aspecto.

45 De acuerdo con un cuarto aspecto, la presente invención está dirigida a un producto de papel preparado a partir de la composición de fabricación de papel del tercer aspecto.

De acuerdo con un quinto aspecto, la presente invención está dirigida a una composición de recubrimiento de papel que comprende la suspensión acuosa del segundo aspecto y otros aditivos opcionales.

De acuerdo con un sexto aspecto, la presente invención está dirigida a un producto de papel, por ejemplo cartón, recubierto con la composición de recubrimiento de papel del quinto aspecto.

50 De acuerdo con un séptimo aspecto, la presente invención está dirigida a un proceso para hacer un producto de papel que comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en la forma de una pulpa

adecuada para hacer un producto de papel; (ii) preparar una composición de fabricación de papel de la pulpa en la etapa (i), la suspensión acuosa de acuerdo con el segundo aspecto de la invención, y otros aditivos opcionales; y (iii) formar un producto de papel a partir de dicha composición de fabricación de papel.

5 También se describe un proceso integrado para hacer un producto de papel que comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en la forma de una pulpa adecuada para hacer un producto de papel; (ii) microfibrilar una porción de dicho sustrato fibroso que comprende celulosa de acuerdo con el método del primer aspecto de la invención para preparar una suspensión acuosa que comprende material microfibrilado e inorgánico en partículas; (iii) preparar una composición para hacer papel de la pulpa en la etapa (i), la suspensión acuosa preparada en la etapa (ii), y otros aditivos opcionales; y (iv) formar un producto de papel a partir de dicha composición de fabricación de papel.

10 También se describe el uso de una suspensión acuosa de acuerdo con el segundo aspecto de la invención como agente de relleno en una composición de fabricación de papel.

También se describe el uso de una suspensión acuosa de acuerdo con el segundo aspecto de la invención en una composición de recubrimiento de papel.

15 Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una micrografía SEM de la celulosa microfibrilada preparado con GCC de acuerdo con los métodos de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

El sustrato fibroso que comprende celulosa

20 El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede derivar de cualquier fuente adecuada, tal como madera, plantas (por ejemplo, caña de azúcar, bambú) o trapos (por ejemplo, residuos textiles, algodón, cáñamo o lino). El sustrato fibroso que comprende celulosa puede estar en forma de una pulpa (esto es, una suspensión de fibras de celulosa en agua), que se pueden preparar por cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinación de los mismos. Por ejemplo, la pulpa puede ser una pulpa química o una pulpa quimiotermomecánica, o una pulpa mecánica, o una pulpa reciclada, o recortes de la fábrica de papel, o una corriente de residuos de la fábrica de papel, o residuos procedentes de una fábrica de papel, o una combinación de los mismos. La pulpa de celulosa puede ser batida (por ejemplo, en una batidora Valley) y/o de otra forma refinada (por ejemplo, el procesamiento en un refinador cónico o de placa) a cualquier grado de refinación predeterminado, reportado en la técnica como Canadian Standard Freeness (CSF) en cm^3 . CSF significa un valor para la rata de grado de refinación o de drenaje de la pulpa medida por la rata que puede ser drenada una suspensión de pulpa. Por ejemplo, la pulpa de celulosa puede tener un Canadian Standard Freeness de aproximadamente 10 cm^3 o mayor antes de ser microfibrilada. La pulpa de celulosa puede tener un CSF de aproximadamente 700 cm^3 o menos, por ejemplo, igual a o menor que aproximadamente 650 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 600 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 550 cm^3 , o igual o menos que aproximadamente 500 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 450 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 400 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 350 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 300 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 250 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 200 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 150 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 100 cm^3 , o igual a o menor que aproximadamente 50 cm^3 . La pulpa de celulosa puede ser entonces desaguada por métodos bien conocidos en la técnica, por ejemplo, la pulpa puede ser filtrada a través de un tamiz con el fin de obtener una hoja húmeda que comprende al menos aproximadamente 10% de sólidos, por ejemplo al menos aproximadamente 15% de sólidos, o al menos aproximadamente 20% de sólidos, o al menos aproximadamente 30% de sólidos, o al menos aproximadamente 40% de sólidos. La pulpa puede utilizarse en un estado no refinado, esto es, sin ser batida o desaguada, o de otra forma refinada.

45 El sustrato fibroso que comprende celulosa puede ser adicionado a un recipiente u homogeneizador de trituración en un estado seco. Por ejemplo, un recorte de papel seco se puede agregar directamente al recipiente de trituración. El medio acuoso en el recipiente de trituración facilitará entonces la formación de una pulpa.

El material inorgánico en partículas

50 El material inorgánico en partículas puede, por ejemplo, ser un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tales como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla de candita hidratada tal como caolín, haloisita o arcilla de bola, una arcilla de candita anhidra (calcínada) tal como metacaolín o caolín completamente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomáceas, o hidróxido de magnesio o trihidrato de aluminio, o combinaciones de los mismos.

Un material inorgánico en partículas preferido para uso en el método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención es carbonato de calcio. De aquí en adelante, la invención puede tender a ser discutida en términos de carbonato de calcio, y en relación con aspectos donde el carbonato de calcio es procesado y/o tratado. La invención no debe considerarse como limitada por tales realizaciones.

5 El carbonato de calcio en partículas utilizado en la presente invención puede obtenerse de una fuente natural por trituración. El carbonato de calcio triturado (GCC) se obtiene típicamente macerando y luego triturando una fuente mineral tal como la tiza, mármol o piedra caliza, que puede ser seguido por una etapa de clasificación de tamaño de partícula, con el fin de obtener un producto que tiene el grado deseado de finura. Otras técnicas, tales como el blanqueo, flotación y separación magnética también se pueden utilizar para obtener un producto que tenga el grado deseado de finura y/o color. El material sólido en partículas se puede triturar de forma autógena, esto es, por desgaste entre las partículas del material sólido en sí mismos, o, de forma alternativa, en presencia de un medio de trituración de partículas que comprende partículas de un material diferente del carbonato de calcio para ser triturado. Estos procesos pueden llevarse a cabo con o sin la presencia de un dispersante y biocidas, que pueden ser agregados en cualquier etapa del proceso.

15 El carbonato de calcio precipitado (PCC) puede ser usado como la fuente de carbonato de calcio en partículas en la presente invención, y puede ser producido por cualquiera de los métodos conocidos disponibles en la técnica. La monografía de TAPPI Serie No. 30, "Paper Coating Pigments", páginas 34-35 describe los tres procesos comerciales principales para la preparación de carbonato de calcio precipitado, que es adecuado para uso en la preparación de productos para uso en la industria del papel, pero también se puede usar en la práctica de la presente invención. En todos los tres procesos, un material de alimentación de carbonato de calcio, tal como la piedra caliza, es primero calcinado para producir cal viva, y la cal viva es entonces reducida en agua para producir hidróxido de calcio o leche de cal. En el primer proceso, la leche de cal es directamente carbonatada con gas dióxido de carbono. Este proceso tiene la ventaja de que no se forma subproducto, y es relativamente fácil de controlar las propiedades y la pureza del producto de carbonato de calcio. En el segundo proceso se pone en contacto la leche de cal con ceniza de soda para producir, por doble descomposición, un precipitado de carbonato de calcio y una solución de hidróxido de sodio. El hidróxido de sodio puede ser de forma sustancial completamente separado del carbonato de calcio si este proceso se utiliza comercialmente. En el tercer proceso comercial principal la leche de cal primero se pone en contacto con cloruro de amonio para dar una solución de cloruro de calcio y gas amoníaco. La solución de cloruro de calcio entonces se pone en contacto con ceniza de soda para producir por doble descomposición carbonato de calcio precipitado y una solución de cloruro de sodio. Los cristales se pueden producir en una variedad de diferentes formas y tamaños, dependiendo del proceso específico de reacción que se utilice. Las tres formas principales de cristales de PCC son aragonita, romboédrico y escalenoédrico, todos los cuales son adecuados para uso en la presente invención, incluyendo mezclas de los mismos.

35 La trituración en húmedo de carbonato de calcio involucra la formación de una suspensión acuosa del carbonato de calcio que puede ser entonces triturado, opcionalmente en presencia de un agente de dispersión adecuado. Se puede hacer referencia a, por ejemplo, la EP-A-614948 para más información con respecto a la molienda en húmedo de carbonato de calcio.

En algunas circunstancias, se pueden incluir adiciones menores de otros minerales, por ejemplo, también podrían estar presentes uno o más de caolín, caolín calcinado, wollastonita, bauxita, talco o mica.

40 Cuando el material inorgánico en partículas de la presente invención se obtiene de fuentes de origen natural, puede ser que algunas impurezas minerales contaminarán el material del suelo. Por ejemplo, el carbonato de calcio de origen natural puede estar presente en asociación con otros minerales. Así, en algunas realizaciones, el material inorgánico en partículas incluye una cantidad de impurezas. En general, sin embargo, el material inorgánico en partículas usado en la invención contendrá menos de aproximadamente 5% en peso, preferiblemente menos de aproximadamente 1% en peso, de otras impurezas minerales.

El material inorgánico en partículas utilizado durante la etapa de microfibrilada del método de la presente invención tendrá preferiblemente una distribución de tamaño de partícula en la que al menos aproximadamente 10% en peso de las partículas tienen un e.s.d de menos de 2 μm , por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso, o al menos aproximadamente 90% en peso, o al menos aproximadamente 95% en peso, o aproximadamente 100% de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm .

55 A menos que se establezca otra cosa, las propiedades del tamaño de partícula citadas aquí para los materiales inorgánicos en partículas son medidas de una manera bien conocida por sedimentación del material en partículas en una condición totalmente dispersa en un medio acuoso utilizando una máquina Sedigraph 5100 suministrado por Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, EE.UU. (teléfono: +1 770 662 3620; página web: www.micromeritics.com), denominada aquí como una "unidad Micromeritics Sedigraph 5100". Tal máquina provee mediciones y un gráfico de el porcentaje acumulado en peso de partículas que tienen un tamaño, denominado en la técnica como el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d.) inferior que los valores e.s.d. dados. El tamaño medio de

partículas d_{50} es el valor determinado de esta manera del e.s.d. de partículas en el cual hay un 50% en peso de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente inferior a dicho valor d_{50} .

5 Alternativamente, donde se establezca, las propiedades del tamaño de partículas citadas aquí para los materiales inorgánicos en partículas son medidas mediante el método convencional empleado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer S suministrada por Malvern Instruments Ltd (o por otros métodos que dan esencialmente el mismo resultado). En la técnica de dispersión de luz láser, el tamaño de las partículas en polvos, suspensiones y emulsiones se puede medir usando la difracción de un rayo láser, sobre la base de una aplicación de la teoría de Mie. Tal máquina provee mediciones y un gráfico del porcentaje acumulado en volumen de partículas que tienen un tamaño, denominado en la técnica como el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d.), inferior que los valores e.s.d. dados. El tamaño medio de partículas d_{50} es el valor determinado de esta manera del e.s.d. de partículas en el cual hay un 50% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente inferior a dicho valor d_{50} .

15 En otra realización, el material inorgánico en partículas utilizado durante la etapa de microfibrilada del método de la presente invención tendrá preferiblemente una distribución de tamaño de partícula, tal como el medido usando una máquina Malvern Mastersizer S, en el que al menos 10% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm , por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen, o al menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen, o al menos aproximadamente 80% en volumen, o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 95% en volumen, o aproximadamente 100% de las partículas por volumen tienen un e.s.d. de menos de 2 μm .

A menos que se establezca otra cosa, las propiedades de tamaño de partícula de los materiales de celulosa microfibrilados son tal como se miden por el método convencional bien conocido empleado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer S suministrada por Malvern Instruments Ltd (o por otros métodos que dan esencialmente el mismo resultado).

25 Se provee a continuación los detalles del procedimiento utilizado para caracterizar las distribuciones de tamaño de partícula de mezclas de material inorgánico en partículas y la celulosa microfibrilada utilizando una máquina Malvern Mastersizer S

30 Otro material inorgánico en partículas preferido para uso en el método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención es arcilla de caolín. De aquí en adelante, esta sección de la especificación puede tender a ser discutida en términos de caolín, y en relación con los aspectos donde el caolín es procesado y/o tratado. La invención no debe considerarse como limitada a tales realizaciones. Así, en algunas realizaciones, el caolín se usa en una forma sin procesar.

35 La arcilla de caolín utilizada en esta invención puede ser un material procesado derivado de una fuente natural, es decir mineral de arcilla de caolín natural cruda. La arcilla de caolín procesada típicamente puede contener al menos aproximadamente 50% en peso de caolinita. Por ejemplo, las arcillas de caolín comercialmente más procesadas contienen más de aproximadamente 75% en peso de caolinita y pueden contener más de aproximadamente 90%, en algunos casos más que aproximadamente 95% en peso de caolinita.

40 La arcilla de caolín utilizada en la presente invención puede prepararse a partir de la materia prima natural de caolín de arcilla mineral por uno o más de otros procesos que son bien conocidos por los expertos en la técnica, por ejemplo mediante etapas de refinación o de beneficio conocidas.

Por ejemplo, el mineral de arcilla puede ser blanqueado con un agente de blanqueo reductivo, tal como hidrosulfito de sodio. Si se utiliza hidrosulfito de sodio, el mineral de arcilla blanqueada puede estar opcionalmente desaguada, y opcionalmente lavada y de nuevo desaguada opcionalmente, después de la etapa de blanqueo con hidrosulfito de sodio.

45 El mineral de arcilla se puede tratar para eliminar las impurezas, e. g. por técnicas de floculación, flotación, o de separación magnética bien conocidas en la técnica. Alternativamente, el mineral de arcilla utilizado en el primer aspecto de la invención puede ser no tratado en forma de un sólido o como una suspensión acuosa.

50 El proceso para preparar arcilla de caolín en partículas utilizado en la presente invención también puede incluir una o más etapas de fraccionamiento, por ejemplo, trituración o molienda. El fraccionamiento ligero de un caolín grueso se utiliza para dar la deslaminación adecuada del mismo. El fraccionamiento puede llevarse a cabo mediante el uso de perlas o gránulos de un plástico (por ejemplo nylon), arena o triturado de cerámica o auxiliar de molienda. El caolín grueso se puede refinar para eliminar impurezas y mejorar las propiedades físicas utilizando procedimientos bien conocidos. La arcilla de caolín se puede tratar mediante un procedimiento conocido de clasificación de tamaño de partículas, por ejemplo, selección y centrifugación (o ambos), para obtener partículas que tienen un valor d_{50} deseado o distribución del tamaño de partícula.

El proceso de microfibrilación.

De acuerdo con el primer aspecto de la invención, se provee un método para preparar una composición para uso como agente de relleno en papel o como un recubrimiento de papel, que comprende una etapa de microfibrilar un sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un material inorgánico en partículas. De acuerdo con realizaciones particulares de los presentes métodos, la etapa de microfibrilación es conducida en presencia de un material inorgánico en partículas que actúa como un agente de microfibrilación.

Por microfibrilación se entiende un proceso en el que las microfibrilas de celulosa son liberados o parcialmente liberadas como especies individuales o como agregados más pequeños en comparación con las fibras de la pulpa premicrofibrilada. Fibras de celulosa típicas (esto es, la pulpa premicrofibrilada) adecuadas para uso en la fabricación de papel incluyen agregados más grandes de cientos o miles de microfibrilas de celulosa individuales. Microfibrilando la celulosa, se imparten a la celulosa microfibrilada y a las composiciones que incluyen la celulosa microfibrilada, características y propiedades particulares, incluyendo pero no limitadas a las características y las propiedades descritas aquí.

Una celulosa microfibrilada de ejemplo preparada de acuerdo con los métodos de la presente invención se representa en la Figura 1. La Figura 1 es una micrografía SEM de la celulosa microfibrilada (que tiene un d_{50} de 80 μm) preparada con GCC (60% en peso < tamaño de partícula de 2 μm , por Sedigraph) en el 5.0% de pulpa en el peso seco total. La concentración en volumen medio (Carbolite 16/20) (MVC) fue del 50%. La entrada de energía fue de 2500 kWh/t expresado en fibra.

La etapa de microfibrilación puede llevarse a cabo en cualquier aparato adecuado, incluyendo pero no limitado a un refinador. En una realización, la etapa de microfibrilación es conducida en un recipiente de trituración bajo condiciones de trituración en húmedo. Cada una de estas realizaciones se describe en mayor detalle a continuación.

- trituración en húmedo

La trituración se realiza convenientemente de una manera convencional. La trituración es un proceso de trituración de desgaste en presencia de un medio de trituración en partículas. Por medio de trituración se entiende un medio diferente al material inorgánico en partículas que es cotriturado con el sustrato fibroso que comprende celulosa.

El medio de trituración en partículas, cuando está presente, puede ser de un material natural o sintético. El medio de trituración puede ser, por ejemplo, comprender bolas, perlas o pellas de cualquier mineral duro, material cerámico o metálico. Tales materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, zirconia, silicato de zirconio, silicato de aluminio o el material rico en mullita que se produce calcinando arcilla caolinítica a una temperatura en el rango de aproximadamente 1300°C a aproximadamente 1800°C. Por ejemplo, en algunas realizaciones se prefiere un medio de trituración Carbolite®. Alternativamente, se pueden utilizar partículas de arena natural de un tamaño de partícula adecuado.

Generalmente, el tipo y tamaño de partícula de medio de trituración para ser seleccionados para uso en la invención puede ser dependiente de las propiedades, tales como, por ejemplo, el tamaño de partícula de, y la composición química de la suspensión de alimentación de material a triturar. Preferiblemente, el medio de trituración en partículas comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el rango de 0.1 mm a 6.0 mm y, más preferiblemente, en el rango de 0.2 mm a 4.0 mm, o en el rango de 0.5 mm a 6 mm. El medio de trituración (o medios) puede estar presentes en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. Los medios de trituración pueden estar presente en cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga.

El triturado puede llevarse a cabo en una o más etapas. Por ejemplo, un material inorgánico en partículas gruesas se puede triturar en el recipiente de triturar para una distribución de tamaño de partícula predeterminado, después de lo cual se agregan los materiales fibrosos que comprenden celulosa y la trituración continúa hasta que se haya obtenido el nivel deseado de microfibrilación. El material inorgánico en partículas grueso utilizado de acuerdo con el primer aspecto de esta invención puede tener inicialmente una distribución de tamaño de partícula en la cual menos de aproximadamente 20% en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm , por ejemplo, menos de aproximadamente 15% en peso, o menos de aproximadamente 10% en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm . En otra realización, el material inorgánico en partículas gruesas utilizado de acuerdo con el primer aspecto de esta invención puede tener inicialmente una distribución de tamaño de partícula, tal como se mide usando una máquina Malvern Mastersizer S, en la que menos de aproximadamente 20% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm , por ejemplo, menos de aproximadamente 15% en volumen, o menos de aproximadamente 10% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm .

El material inorgánico en partículas gruesas puede ser triturado en húmedo o seco en ausencia o en presencia de un medio de trituración. En el caso de una etapa de triturado en húmedo, el material inorgánico en partículas gruesas

es triturado preferiblemente en una suspensión acuosa en presencia de un medio de trituración. En tal suspensión, el material inorgánico en partículas gruesas puede estar preferiblemente presente en una cantidad de aproximadamente 5% a aproximadamente 85% en peso de la suspensión; más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 20% a aproximadamente 80% en peso de la suspensión. Más preferiblemente, el material inorgánico en partículas gruesas puede estar presente en una cantidad de aproximadamente 30% a aproximadamente 75% en peso de la suspensión. Tal Como se describió anteriormente, el material inorgánico en partículas gruesas puede ser triturado a una distribución de tamaño de partícula tal que al menos aproximadamente 10% en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso, o al menos aproximadamente 90% en peso, o al menos aproximadamente 95% en peso, o aproximadamente 100% en peso de las partículas, tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, después de lo cual se agrega la pulpa de celulosa y los dos componentes son cotriturados para microfibrillar las fibras de la pulpa de celulosa. En otra realización, el material inorgánico en partículas gruesas es triturado a una distribución de tamaño de partícula, tal como se mide usando una máquina Malvern Mastersizer S de tal manera que al menos aproximadamente 10% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen o al menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen, o al menos aproximadamente 80% en volumen, o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 95% en volumen, o aproximadamente 100% en volumen de las partículas, tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, después de lo cual se agrega la pulpa de celulosa y los dos componentes son cotriturados para microfibrillar las fibras de la pulpa de celulosa.

En una realización, el tamaño de partícula medio (d_{50}) del material inorgánico en partículas es reducido durante el proceso de cotrituración. Por ejemplo, el d_{50} del material inorgánico en partículas puede ser reducido en al menos aproximadamente 10% (tal como se mide por una máquina Malvern Mastersizer S), por ejemplo, el d_{50} del material inorgánico en partículas puede ser reducido en al menos aproximadamente 20%, o reducido en al menos aproximadamente 30%, o reducido en al menos aproximadamente 50%, o reducido en al menos aproximadamente 50%, o reducido en al menos aproximadamente 60%, o reducido en al menos aproximadamente 70%, o reducido en al menos aproximadamente 80%, o reducido en al menos aproximadamente 90%. Por ejemplo, un material inorgánico en partículas que tiene un d_{50} de 2.5 µm antes de la cotrituración y un d_{50} de 1.5 µm posterior a la cotrituración habrá sido sometido a una reducción del 40% en el tamaño de partícula. En realizaciones, el tamaño de partícula media del material inorgánico en partículas no es reducido significativamente durante el proceso de cotrituración. Por "no reducido significativamente" se entiende que el d_{50} del material inorgánico en partículas es reducido en menos de aproximadamente 10%, por ejemplo, el d_{50} del material inorgánico en partículas es reducido en menos de aproximadamente 5%.

El sustrato fibroso que comprende celulosa puede ser microfibrilada en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un C_{50} que varía desde aproximadamente 5 µm a aproximadamente 500 µm, medido por dispersión de luz láser. El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un d_{50} igual o inferior a aproximadamente 400 µm, por ejemplo igual a o menor que aproximadamente 300 µm, o igual o menor que aproximadamente 200 µm, o igual o menor que aproximadamente 150 µm, o igual o menor que aproximadamente 125 µm, o igual o menor que aproximadamente 100 µm, o igual a o menor que aproximadamente 90 µm, o igual o menor que aproximadamente 80 µm, o igual o menor que aproximadamente 70 µm, o igual o menor que aproximadamente 60 µm, o igual o menor que aproximadamente 50 µm, o igual a o menor que aproximadamente 40 µm, o igual o menor que aproximadamente 30 µm, o igual o menor que aproximadamente 20 µm, o igual a o menor que aproximadamente 10 µm.

El sustrato fibroso que comprende celulosa puede ser microfibrilada en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño modal de partícula de fibra que varía de aproximadamente 0.1-500 µm y un tamaño modal de partícula de material inorgánico en partículas que van desde 0.25-20 µm. El sustrato fibroso que comprende celulosa puede ser microfibrilada en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño modal de partícula de fibra de al menos aproximadamente 0.5 µm, por ejemplo al menos aproximadamente 10 µm, o al menos aproximadamente 50 µm, o al menos aproximadamente 100 µm, o al menos aproximadamente 150 µm, o al menos aproximadamente 200 µm, o al menos aproximadamente 300 µm, o al menos aproximadamente 400 µm.

El sustrato fibroso que comprende celulosa es microfibrilada en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene una tendencia de fibra de 20 a 50, tal como es medido por Malvern. La tendencia de fibra (esto es, la tendencia de la distribución del tamaño de partícula de las fibras) es determinada por la siguiente fórmula:

$$\text{Tendencia} = 100 \times (d_{30}/d_{70})$$

La celulosa microfibrilada puede tener una tendencia de fibra desde aproximadamente 25 hasta aproximadamente 40, o desde aproximadamente 25 hasta aproximadamente 35, o desde aproximadamente 30 hasta aproximadamente 40.

5 La trituración se realiza adecuadamente en un recipiente de trituración, tal como un molino de tamboreo (por ejemplo, vara, bola y autógeno), un molino de agitación (por ejemplo, SAM o IsaMill), un molino de torre, un detrítico de medios en agitación (SMD), o un recipiente de trituración que comprende placas de trituración paralelas rotativas entre las que se alimenta la alimentación que va a ser triturada.

10 En una realización, el recipiente de trituración es un molino de torre. El molino de torre puede comprender una zona de reposo por encima de una o más zonas de trituración. Una zona de reposo es una región localizada hacia la parte superior del interior del molino de torre en la que una mínima o ninguna molienda tienen lugar y comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. La zona de reposo es una región en la que las partículas del medio de trituración se sedimentan en las una o más zonas de trituración del molino de torre.

15 El molino de torre puede comprender un clasificador por encima de una o más zonas de trituración. En una realización, el clasificador está montado en la parte superior y localizado adyacente a una zona de reposo. El clasificador puede ser un hidrociclón.

El molino de torre puede comprender un tamiz por encima de una o más zonas de trituración. En una realización, un tamiz se encuentra adyacente a una zona de reposo y/o un clasificador. El tamiz puede ser dimensionado para separar los medios de trituración de la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas y para potenciar la sedimentación de medios de trituración.

20 En una realización, la trituración se lleva a cabo bajo condiciones de flujo de tapón. Bajo condiciones de flujo de tapón el flujo a través de la torre es tal que hay una mezcla limitada de los materiales de trituración a través de la torre. Esto significa que en diferentes puntos a lo largo de la longitud del molino de torre la viscosidad del ambiente acuoso variará a medida que se incrementa la finura de la celulosa microfibrilada. Así, en efecto, puede considerarse que la región de trituración en el molino de torre comprende una o más zonas de molienda que tienen una viscosidad característica. Una persona experta en la técnica entenderá que no hay un límite claro entre las zonas adyacentes de trituración con respecto a la viscosidad.

30 En una realización, se agrega agua en la parte superior del molino próxima a la zona de reposo o al clasificador o el tamiz por encima de una o más zonas de trituración para reducir la viscosidad de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas en esas zonas en el molino. Diluyendo el producto de celulosa microfibrilada y el material inorgánico en partículas en este punto en el molino, se ha encontrado que se mejora la prevención de arrastre de los medios de trituración a la zona de reposo y/o el clasificador y/o el tamiz. Además, la mezcla limitada a través de la torre permite el procesamiento en sólidos más altos más abajo en la torre y diluye en la parte superior con contraflujo limitado del agua de dilución hacia abajo de la torre en las una o más zonas de trituración. Se puede agregar cualquier cantidad adecuada de agua que sea efectiva para diluir la viscosidad de la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. El agua se puede agregar continuamente durante el proceso de trituración, o a intervalos regulares o a intervalos irregulares.

40 En otra realización, se puede agregar agua a una o más zonas de trituración a través de uno o más puntos de inyección de agua situados a lo largo de la longitud del molino de torre, o cada punto de inyección de agua está localizado en una posición que corresponde a las una o más zonas de trituración. Ventajosamente, la capacidad de agregar agua en diversos puntos a lo largo de la torre permite un ajuste adicional de las condiciones de trituración en cualquier o todas las posiciones a lo largo del molino.

45 El molino de torre puede comprender un eje impulsor vertical equipado con una serie de discos rotores impulsores en toda su longitud. La acción de los discos rotores impulsores crea una serie de zonas discretas de trituración a lo largo del molino.

50 En otra realización, la trituración se lleva a cabo en un triturador de tamizado, preferiblemente un detrítico de medios en agitación. El triturador de tamizado puede comprender uno o más tamices que tienen un tamaño de abertura nominal de al menos aproximadamente 250 μm , por ejemplo, las una o más tamices pueden tener un tamaño de abertura nominal de al menos aproximadamente 300 μm , o al menos aproximadamente 350 μm , o al menos aproximadamente 400 μm , o al menos aproximadamente 450 μm , o al menos aproximadamente 500 μm , o al menos aproximadamente 550 μm , o al menos aproximadamente 600 μm , o al menos aproximadamente 650 μm , o al menos aproximadamente 700 μm , o al menos aproximadamente 750 μm , o al menos aproximadamente 800 μm , o al menos aproximadamente 850 μm , o al menos aproximadamente 900 μm , o al menos aproximadamente 1000 μm .

55 Los tamaños del tamiz señalados inmediatamente arriba son aplicables a las realizaciones de la torre del molino descritas anteriormente.

Como se anotó anteriormente, la trituración se lleva a cabo en presencia de un medio de molienda. En una realización, el medio de trituración es un medio grueso que comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el rango de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm, por ejemplo aproximadamente 2 mm, o aproximadamente 3 mm, o aproximadamente 4 mm, o aproximadamente de 5 mm.

5 En otra realización, el medio de trituración tiene una gravedad específica de al menos aproximadamente 2.5, por ejemplo, al menos aproximadamente 3, o al menos aproximadamente 3.5, o al menos aproximadamente 4.0, o al menos aproximadamente 4.5, o al menos aproximadamente 5.0, o al menos aproximadamente 5.5, o al menos aproximadamente 6.0.

10 En otra realización, los medios de trituración comprenden partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm y tiene una gravedad específica de al menos aproximadamente 2.5.

En otra realización, los medios de trituración comprende partículas que tienen un diámetro promedio de aproximadamente 3 mm y la gravedad específica de aproximadamente 2.7.

15 Como se ha descrito anteriormente, el medio de molienda (o medios) pueden presentarse en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. Los medios de trituración pueden estar presentes en cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga.

20 En una realización, el medio de molienda está presente en una cantidad de aproximadamente 50% en volumen de la carga.

Por "carga" se entiende la composición que es la alimentación alimentada al recipiente triturador. La carga incluye agua, medios de trituración, sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas, y cualquier otro aditivo opcional como se describe aquí.

25 El uso de medios relativamente gruesos y/o densos tiene la ventaja de tasas de sedimento mejoradas (esto es, más rápido) y arrastre de medios reducidos a través de la zona de reposo y/o clasificadora y/o tamices.

30 Una ventaja adicional en el uso de medios de molienda relativamente grueso es que el tamaño de partícula media (d_{50}) del material inorgánico en partículas no puede reducirse significativamente durante el proceso de trituración de tal manera que la energía impartida al sistema de trituración se gasta primariamente en microfibrillar el sustrato fibroso que comprende celulosa.

35 Una ventaja adicional en el uso de tamices relativamente gruesos es que un medio de trituración relativamente grueso o denso se puede utilizar en la etapa de microfibrilación. Además, el uso de tamices relativamente gruesos (esto es, que tiene una abertura nominal de menos de aproximadamente 250 μm) permite un producto de sólidos relativamente alto para ser procesado y eliminado del triturador, lo que permite una alimentación de sólidos relativamente alto (que comprende sustrato fibroso que comprende celulosa y el material inorgánico en partículas) para ser procesado en un proceso económicamente viable. Como se discute más adelante, se ha encontrado que una alimentación que tiene un alto contenido de sólidos inicial es deseable en términos de suficiencia energética. Además, también se ha encontrado que el producto producido (a una energía dada) en sólidos inferiores tiene una distribución de tamaño de partícula más grueso.

40 Como se discutió en la sección "Antecedentes" anteriormente, la presente invención busca abordar el problema de la preparación de manera económica de celulosa microfibrilada a escala industrial.

45 Así, de acuerdo con una realización, el sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas están presentes en el ambiente acuoso en un contenido de sólidos iniciales de al menos aproximadamente 4% en peso, de los cuales al menos aproximadamente 2% en peso es sustrato fibroso que comprende celulosa. El contenido de sólidos inicial puede ser al menos aproximadamente 10% en peso, o al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente al menos 40% en peso. Al menos aproximadamente el 5% en peso del contenido de sólidos inicial puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa, por ejemplo, al menos aproximadamente 10%, o al menos aproximadamente 15%, o al menos aproximadamente 20% en peso del contenido de sólidos inicial puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa.

50 En otra realización, la trituración se lleva a cabo en una cascada de recipientes de trituración, uno o más de los cuales puede comprender una o más zonas de trituración. Por ejemplo, el sustrato fibroso que comprende celulosa y el material inorgánico en partículas se puede triturar en una cascada de dos o más recipientes de trituración, por ejemplo, una cascada de tres o más recipientes de trituración, o una cascada de cuatro o más recipientes de trituración, o una cascada de cinco o más recipientes de trituración, o una cascada de seis o más recipientes de

5 trituración, o una cascada de siete o más recipientes de trituración, o una cascada de ocho o más recipientes de trituración, o una cascada de nueve o más recipientes de trituración en serie, o una cascada que comprende hasta diez recipientes de trituración. La cascada de recipientes de trituración puede estar enlazada operativamente en serie o en paralelo o una combinación de series y en paralelo. La salida de y/o la entrada a uno o más de los recipientes de trituración en la cascada pueden ser sometidos a una o más etapas de selección y/o una o más etapas de clasificación.

La energía total gastada en un proceso de microfibrilación puede repartirse por igual a través de cada uno de los recipientes de trituración en la cascada. Alternativamente, la entrada de energía puede variar entre algunos o todos los recipientes de trituración en la cascada.

10 Una persona experta en la técnica comprenderá que la energía gastada por recipiente puede variar entre los recipientes en la cascada dependiendo de la cantidad de sustrato fibroso que es microfibrilado en cada recipiente, y opcionalmente la velocidad de trituración en cada recipiente, la duración de la trituración en cada recipiente, el tipo de medios de trituración en cada recipiente y el tipo y la cantidad de material inorgánico en partículas. Las condiciones de trituración pueden variar en cada recipiente en la cascada con el fin de controlar la distribución del tamaño de partícula de tanto la celulosa microfibrilada como el material inorgánico en partículas. Por ejemplo, el tamaño medio de trituración se puede variar entre los recipientes sucesivos en la cascada con el fin de reducir la trituración del material inorgánico en partículas y para dirigir la molienda del sustrato fibroso que comprende celulosa.

20 En una realización la trituración se realiza en un circuito cerrado. En otra realización, la trituración se realiza en un circuito abierto. La trituración puede realizarse en modo por lotes. La trituración puede llevarse a cabo en un modo de recirculación por lotes.

25 Como se describió anteriormente, el circuito de trituración puede incluir una etapa de pretrituración en la que la partícula inorgánica gruesa triturada en un recipiente triturador para una distribución de tamaño de partícula predeterminado, después de lo cual el material fibroso que comprende celulosa se combina con el material inorgánico en partículas pretriturado y la trituración continua en el misma o diferente recipiente de trituración hasta que se haya obtenido el nivel deseado de microfibrilación.

30 A medida que la suspensión de material a ser triturado puede ser de una viscosidad relativamente alta, se puede agregar preferiblemente un agente dispersante adecuado a la suspensión antes de la trituración. El agente dispersante puede ser, por ejemplo, un fosfato condensado soluble en agua, ácido polisilícico o una sal del mismo, o un polielectrolito, por ejemplo una sal soluble en agua de un poli(ácido acrílico) o de un poli(ácido metacrílico) que tiene un número promedio de peso molecular no mayor de 80,000. La cantidad del agente dispersante utilizado estaría generalmente en el rango de 0.1 a 2.0% en peso, con base en el peso del material sólido inorgánico en partículas seco. La suspensión puede ser triturada adecuadamente a una temperatura en el rango de 4 °C a 100 °C.

35 Otros aditivos que pueden ser incluidos durante la etapa de microfibrilación incluyen: carboximetil celulosa, carboximetil celulosa anfotérico, agentes oxidantes, 2,2,6,6-Tetrametilpiperidin-1-oxilo (TEMPO), derivados de TEMPO, y enzimas que degradan la madera.

40 El pH de la suspensión de material a ser triturado puede ser de aproximadamente 7 o mayor a aproximadamente 7 (esto es, básico), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser de aproximadamente 8 o aproximadamente 9, o aproximadamente 10, o aproximadamente 11. El pH de la suspensión de material a ser triturado puede ser menor de aproximadamente 7 (esto es, ácido), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser de aproximadamente 6, o aproximadamente 5, o aproximadamente 4, o aproximadamente 3. El pH de la suspensión de material a ser triturado puede ser ajustado mediante la adición de una cantidad apropiada de ácido o base. Las bases adecuadas incluyen hidróxidos de metales alcalinos, tales como, por ejemplo NaOH. Otras bases adecuadas son carbonato de sodio y amoníaco. Los ácidos adecuados incluyen ácidos inorgánicos, tales como ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, o ácidos orgánicos. Un ácido de ejemplo es el ácido ortofosfórico.

45 La cantidad de material inorgánico en partículas y pulpa de celulosa en la mezcla a ser cotriturada puede variar en una relación de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente 0.5:99.5, con base en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pulpa, por ejemplo, una relación de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente 50:50 con base en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pulpa. Por ejemplo, la relación de la cantidad de material inorgánico en partículas y de fibra seca puede ser de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente 70:30. En una realización, la relación de material inorgánico en partículas a la fibra seca es de aproximadamente 80:20, o por ejemplo, aproximadamente 85:15, o aproximadamente 90:10, o aproximadamente 91:9, o aproximadamente 92:8, o aproximadamente 93:7, o aproximadamente 94:6, o aproximadamente 95:5, o aproximadamente 96:4, o aproximadamente 97:3, o aproximadamente 98:2, o aproximadamente 99:1. En una realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a fibra seca es de aproximadamente 95:5. En otra realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a la fibra seca es de aproximadamente 90:10. En otra realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a la fibra seca es de aproximadamente 85:15. En otra

realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a la fibra seca es de aproximadamente 80:20.

5 La entrada total de energía en un proceso de molienda típico para obtener la composición de suspensión acuosa deseada puede estar típicamente entre aproximadamente 100 y 1.500 kWh⁻¹ con base en el peso seco total de la carga inorgánica en partículas. La entrada total de energía puede ser menos de aproximadamente 1000 kWh⁻¹, por ejemplo, menos de aproximadamente 800 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 600 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 500 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 400 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 300 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 200 kWh⁻¹. Como tal, los presentes inventores han encontrado sorprendentemente que una pulpa de celulosa puede ser microfibrilada en la entrada de energía relativamente baja cuando es cotriturada en la presencia de un material inorgánico en partículas. Como será evidente, la entrada total de energía por tonelada de fibra seca en el sustrato fibroso que comprende celulosa será menos de aproximadamente 10,000 kWh⁻¹, por ejemplo, menos de aproximadamente 9000 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 8000 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 7000 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 6000 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 5000 kWh⁻¹, por ejemplo menos de aproximadamente 4000 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 3000 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 2000 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 1500 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 1200 kWh⁻¹, menos de aproximadamente 1000 kWh⁻¹, o menos de aproximadamente 800 kWh⁻¹. La entrada total de energía varía en función de la cantidad de fibra seca en el sustrato fibroso que es microfibrilada, y opcionalmente la velocidad de la trituración y la duración de la trituración.

- homogeneización

20 La microfibrilación de un sustrato fibroso que comprende celulosa se describe y se puede efectuar bajo condiciones de humedad en la presencia del material inorgánico en partículas por un método en el que la mezcla de pulpa de celulosa y el material inorgánico en partículas es presurizado (por ejemplo, a una presión de aproximadamente 500 bar) y luego pasa a una zona de menor presión. La rata a la que la mezcla se pasa a la zona de baja presión es suficientemente alta y la presión de la zona de baja presión es suficientemente baja como para causar microfibrilación de las fibras de celulosa. Por ejemplo, la caída de presión se puede efectuar forzando la mezcla a través de una abertura anular que tiene un orificio estrecho de entrada con un orificio de salida mucho más grande. La disminución drástica en la presión a medida que la mezcla acelera en un volumen más grande (esto es, una zona de presión más baja) induce cavitación que provoca microfibrilación. En una realización, la microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa se puede efectuar en un homogeneizador bajo condiciones de humedad en la presencia del material inorgánico en partículas. En el homogeneizador, la mezcla de material inorgánico en partículas- pulpa de celulosa está presurizada (por ejemplo, a una presión de aproximadamente 500 bar), y forzada a través de una pequeña boquilla u orificio. La mezcla puede ser presurizado a una presión de aproximadamente 100 a aproximadamente 1000 bar, por ejemplo a una presión igual a o mayor que 300 bar, o igual a o mayor que aproximadamente 500, o igual a o mayor que aproximadamente 200 bar, o igual a o mayor que aproximadamente 700 bar. La homogeneización somete a las fibras a altas fuerzas de desgarre de tal manera que a medida que la pulpa de celulosa presurizada sale de la boquilla u orificio, la cavitación provoca microfibrilación de las fibras de celulosa en la pulpa. Se puede agregar agua adicional para mejorar la fluidez de la suspensión a través del homogeneizador. La suspensión acuosa resultante que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas puede ser retroalimentada en la entrada del homogeneizador para múltiples pasadas a través del homogeneizador. El material en partículas inorgánico puede ser un mineral natural laminar, tal como caolín. Como tal, la homogeneización no sólo facilita la microfibrilación de la pulpa de celulosa, sino que también facilita la deslaminación del material laminar en partículas.

45 Se entenderá que un material laminar en partículas, tal como caolín, tienen un factor de forma de al menos aproximadamente 10, por ejemplo, al menos aproximadamente 15, o al menos aproximadamente 20, o al menos aproximadamente 30, o al menos aproximadamente 40, o por lo menos aproximadamente 50, o al menos aproximadamente 60, o al menos aproximadamente 70, o al menos aproximadamente 80, o al menos aproximadamente 90, o al menos aproximadamente 100. El factor de forma, tal como se utiliza aquí, es una medida de la relación de diámetro de partícula a espesor de partícula para una población de partículas de diferente tamaño y forma como se mide usando los métodos de conductividad eléctrica, aparatos, y ecuaciones descritos en la patente de los Estados Unidos No. 5,576,617.

55 Una suspensión de un material inorgánico laminar en partículas, tal como caolín, puede ser tratado en el homogeneizador a una distribución de tamaño de partícula predeterminado en ausencia del sustrato fibroso que comprende celulosa, después de lo cual el material fibroso que comprende celulosa se añade a la pasta acuosa del material inorgánico en partículas y la suspensión combinada se procesa en el homogeneizador tal como se describió anteriormente. El proceso de homogeneización se continúa, incluyendo uno o más pasos a través del homogeneizador, hasta que se haya obtenido el nivel deseado de microfibrilación. Del mismo modo, el material inorgánico laminar en partículas puede ser tratado en un triturador a una distribución de tamaño de partícula predeterminado y luego combinarse con el material fibroso que comprende celulosa seguido por el procesamiento en el homogeneizador. Un homogeneizador de ejemplo es un homogeneizador Manton Gaulin (APV).

Después de que se ha llevado a cabo la etapa de microfibrilación, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas puede ser seleccionada para eliminar la fibra por encima de un cierto tamaño y para eliminar cualquier medio de trituración. Por ejemplo, la suspensión puede ser sometida a selección utilizando un tamiz que tiene un tamaño de abertura nominal seleccionado con el fin de eliminar las fibras que no pasan a través del tamiz. Tamaño de abertura nominal significa la separación central nominal de lados opuestos de una abertura cuadrada o el diámetro nominal de una abertura redonda. El tamiz puede ser un tamiz BSS (de acuerdo con BS 1796) que tiene un tamaño de abertura nominal de 150 μm , por ejemplo, un tamaño de abertura nominal de 125 μm , o 106 μm , o 90 μm , o 74 μm , o 63 μm , o 53 μm , 45 μm , o 38 μm . En una realización, la suspensión acuosa es seleccionada utilizando un tamiz BSS que tiene una abertura nominal de 125 μm . La suspensión acuosa puede ser entonces opcionalmente desaguada.

La suspensión acuosa

Las suspensiones acuosas de esta invención producidas de acuerdo con los métodos descritos anteriormente son adecuadas para uso en un método para hacer papel o recubrir papel.

Como tal, la presente invención está dirigida a una suspensión acuosa que comprende, que consiste de, o consiste esencialmente de celulosa microfibrilada y un material inorgánico en partículas y otros aditivos opcionales. La suspensión acuosa es adecuada para uso en un método para hacer papel o recubrir papel. Los otros aditivos opcionales incluyen dispersante, biocidas, auxiliares de suspensión, sales y otros aditivos, por ejemplo, almidón o carboxi metil celulosa o polímeros, lo que puede facilitar la interacción de partículas minerales y fibras durante o después de la trituración.

El material inorgánico en partículas puede tener una distribución de tamaño de partícula de tal manera que al menos aproximadamente 10% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 20% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 30% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 40% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 50% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 60% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 70% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 80% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 90% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 95% en peso, o por ejemplo aproximadamente 100% de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm .

En otra realización, el material inorgánico en partículas puede tener una distribución de tamaño de partícula, medida por una máquina Malvern Mastersizer S, de tal manera que al menos aproximadamente 10% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 20% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 30 % en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 40% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 50% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 60% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 70% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 80 % en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 90% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 95% en volumen, o por ejemplo aproximadamente 100% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 μm .

La cantidad de material inorgánico en partículas y pulpa de celulosa en la mezcla a ser cotriturada puede variar en una relación de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente de 0.5:99.5, con base en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pulpa, por ejemplo, una relación de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente 50:50 con base en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pulpa. Por ejemplo, la relación de la cantidad de material inorgánico en partículas y de fibra seca puede ser de aproximadamente 99.5:0.5 a aproximadamente 70:30. En una realización, la relación de material inorgánico en partículas a la fibra seca es de aproximadamente 80:20, o, por ejemplo, aproximadamente 85:15, o aproximadamente 90:10, o aproximadamente 91:9, o aproximadamente 92:8, o aproximadamente 93:7, o aproximadamente 94:6, o aproximadamente 95:5, o aproximadamente 96:4, o aproximadamente 97:3, o aproximadamente 98:2, o aproximadamente 99:1. En una realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a fibra seca es de aproximadamente 95:5. En otra realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a fibra seca es de aproximadamente 90:10. En otra realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a fibra seca es de aproximadamente 85:15. En otra realización preferida, la relación en peso de material inorgánico en partículas a fibra seca es de aproximadamente 80:20.

En una realización, la composición no incluye fibras demasiado grandes para pasar a través de un tamiz BSS (de acuerdo con BS 1796) que tiene un tamaño de abertura nominal de 150 μm , por ejemplo, un tamaño de abertura nominal de 125 μm , 106 μm , o 90 μm , o 74 μm o 63 μm o 53 μm , 45 μm , o 38 μm . En una realización, la suspensión acuosa es seleccionada utilizando un tamiz BSS que tiene una abertura nominal de 125 μm .

Se entenderá por lo tanto que la cantidad (esto es, % en peso) de celulosa microfibrilada en la suspensión acuosa después de la trituración o de la homogeneización puede ser menor que la cantidad de fibra seca en la pulpa si la suspensión triturada u homogeneizada es tratada para eliminar las fibras por encima de un tamaño seleccionado. Así, las cantidades relativas de la pulpa y el material inorgánico en partículas alimentado a la trituradora o homogeneizador se pueden ajustar dependiendo de la cantidad de celulosa microfibrilada que se requiere en la suspensión acuosa después de que se retiran las fibras por encima de un tamaño seleccionado.

5 En una realización, el material inorgánico en partículas es un carbonato de metal alcalinotérreo, por ejemplo, carbonato de calcio. El material inorgánico en partículas puede ser carbonato de calcio triturado (GCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC), o una mezcla de GCC y PCC. En otra realización, el material inorgánico en partículas es un mineral laminar de manera natural, por ejemplo, caolín. El material inorgánico en partículas puede ser una mezcla de caolín y carbonato de calcio, por ejemplo, una mezcla de caolín y GCC, o una mezcla de caolín y CCP, o una mezcla de caolín, GCC y PCC.

10 En otra realización, la suspensión acuosa es tratada para eliminar al menos una porción o sustancialmente toda el agua para formar un producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco. Por ejemplo, al menos aproximadamente 10% en volumen de agua en la suspensión acuosa puede ser retirado de la suspensión acuosa, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen, o al lo menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen o al menos aproximadamente 80% en volumen o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 100 % en volumen de agua en la suspensión acuosa puede ser eliminado. Se puede utilizar cualquier técnica adecuada para eliminar el agua de la suspensión acuosa incluyendo, por ejemplo, por gravedad o por drenaje asistido por vacío, con o sin prensado, o por evaporación, o por filtración, o por una combinación de estas técnicas. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco comprenderá celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas y cualesquiera otros aditivos opcionales que pueden haber sido agregados a la suspensión acuosa antes del secado. Tal como se describe en aquí, el producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco se puede almacenar o empacar para la venta. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco puede ser opcionalmente rehidratado e incorporado en las composiciones de fabricación de papel y otros productos de papel.

Productos de papel y procesos para la preparación de los mismos

25 La suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas puede ser incorporada en las composiciones de fabricación de papel, que a su vez puede ser utilizado para preparar productos de papel. El término producto de papel, tal como se utiliza en conexión con la presente invención, debe entenderse con el significado de todas las formas de papel, incluyendo cartón tal como, por ejemplo, cartón revestido de blanco y cartón de revestimiento, cartulina, cartón, cartón revestido, y similares Existen numerosos tipos de papel, recubiertos o no recubiertos, que se pueden hacer de acuerdo con la presente invención, incluyendo el papel adecuado para libros, revistas, periódicos y similares, y papeles de oficina. El papel puede ser calandrado o supercalandrado según sea apropiado; por ejemplo, papel de revista supercalandrado para rotograbado y la impresión offset pueden ser hechas de acuerdo con los presentes métodos. También se puede hacer papel adecuado para recubrimiento de peso ligero (LWC), recubrimiento de peso medio (MWC) o de pigmentación terminada a máquina (MFP) de acuerdo con los métodos presentes. También se puede hacer papel recubierto y cartón con propiedades de barrera adecuadas para el empaque de alimentos y similares de acuerdo con los presentes métodos.

40 En un proceso típico de fabricación de papel, una pulpa que contiene celulosa es preparada por cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinación de los mismos, que son bien conocidos en la técnica. La pulpa puede derivarse de cualquier fuente adecuada, tal como madera, plantas (por ejemplo, caña de azúcar, bambú) o trapos (por ejemplo, residuos textiles, algodón, cáñamo o lino). La pulpa puede ser blanqueada de acuerdo con procesos que son bien conocidos para los expertos en la técnica y los procesos adecuados para uso en la presente invención serán fácilmente evidentes. La pulpa de celulosa blanqueada puede ser batida, refinada, o ambos, para un grado de refinación predeterminado (reportado en la técnica como Canadian Standard Freeness (CSF) en cm^3). Una masa adecuada de papel es entonces preparada de la pulpa blanqueada y batida.

45 La composición de fabricación de papel de la presente invención comprende típicamente, además de la suspensión acuosa de celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, masa de papel y otros aditivos convencionales conocidos en la técnica. La composición de fabricación de papel de la presente invención puede comprender hasta aproximadamente 50% en peso de material inorgánico en partículas derivado de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas con base en el contenido seco total de la composición de fabricación de papel. Por ejemplo, la composición de fabricación de papel puede comprender al menos aproximadamente 2% en peso, o al menos aproximadamente 5% en peso, o al menos aproximadamente 10% en peso, o al menos aproximadamente 15% en peso, o al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 25% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 35% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 45% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso de material inorgánico en partículas derivado de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas con base en el contenido total seco de la composición de fabricación de papel. El material de celulosa microfibrilada puede tener una tendencia de fibra de más de aproximadamente 10, por ejemplo, de aproximadamente 20 a aproximadamente 50, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 25 a 35, o de aproximadamente 30 a 60 aproximadamente 40. La composición de fabricación de papel también puede contener un sistema auxiliar de retención no iónico, catiónico o un aniónico o de retención de micropartícula en una cantidad en el rango de

aproximadamente 0.1 a 2% en peso, con base en el peso seco de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. También puede contener un agente de encolado que puede ser, por ejemplo, un dímero de alquil-ceteno de cadena larga, una emulsión de cera o un derivado de ácido succínico. La composición también puede contener colorante y/o un agente abrillantador óptico. La composición también puede comprender auxiliares de resistencia en seco y en húmedo, tales como, por ejemplo, almidón o copolímeros de epíclorhidrina.

De acuerdo con el séptimo aspecto descrito anteriormente, la presente invención está dirigida a un proceso para hacer un producto de papel que comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en la forma de una pulpa adecuada para hacer un producto de papel; (ii) preparar una composición de fabricación de papel de la pulpa en la etapa (i), la suspensión acuosa de la presente invención que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, y otros aditivos opcionales (tales como, por ejemplo, un auxiliar de retención, y otros aditivos tales como los descritos anteriormente); y (iii) formar un producto de papel a partir de dicha composición de fabricación de papel. Como se anotó anteriormente, la etapa de formar una pulpa puede tener lugar en el recipiente triturador u homogeneizador mediante la adición del sustrato fibroso que comprende celulosa en un estado seco, por ejemplo, en la forma de un recorte o residuos de papel seco, directamente al recipiente triturador. El ambiente acuoso en el recipiente triturador u homogeneizador facilitará entonces la formación de una pulpa.

En una realización, se puede agregar un componente de relleno adicional (esto es, un componente de relleno diferente al material inorgánico en partículas que es cotriturado con el sustrato fibroso que comprende celulosa) a la composición de fabricación de papel preparada en la etapa (ii). Los componentes de relleno de ejemplo son PCC, GCC, caolín, o mezclas de los mismos. Un PCC de ejemplo es PCC escalenoédrico. En una realización, la relación en peso del material inorgánico en partículas al componente de relleno adicional en la composición de fabricación de papel es de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:30, por ejemplo, de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:20, por ejemplo, de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:15, por ejemplo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:10, por ejemplo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:7, por ejemplo, de aproximadamente 1:3 a aproximadamente 1:6, o aproximadamente 1:1, o aproximadamente 1:2, o aproximadamente 1:3, o aproximadamente 1:4, o aproximadamente 1:5. Los productos de papel hechos a partir de tales composiciones de fabricación de papel pueden presentar una mayor resistencia en comparación con los productos de papel que comprenden solamente el material inorgánico en partículas, tal como por ejemplo PCC, como agente de relleno. Los productos de papel hechos de tales composiciones de fabricación de papel pueden presentar una mayor resistencia en comparación con un producto de papel en el que el material inorgánico en partículas y un sustrato fibroso que comprende celulosa se preparan (por ejemplo, triturado) por separado y se mezclan para formar una composición de para hacer papel. Igualmente, los productos de papel preparados a partir de una composición de fabricación de papel de acuerdo con la presente invención pueden exhibir una resistencia que es comparable a los productos de papel que comprenden menos material inorgánico en partículas. En otras palabras, los productos de papel se pueden preparar a partir de una composición para hacer papel de acuerdo con el presente a cargas de relleno más altas sin pérdida de la resistencia.

Las etapas en la formación de un producto de papel final a partir de una composición de fabricación de papel son convencionales y bien conocidas en la técnica y generalmente comprenden la formación de hojas de papel que tienen un peso base específico, dependiendo del tipo de papel que se está haciendo.

Se pueden alcanzar beneficios económicos adicionales a través de los métodos de la presente invención en cuanto el sustrato de celulosa para hacer la suspensión acuosa se puede derivar de la misma pulpa de celulosa formada para hacer la composición de fabricación de papel y el producto de papel final. Como tal, un proceso integrado para hacer un producto de papel comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en la forma de una pulpa adecuada para hacer un producto de papel; (ii) microfibrilar una porción de dicho sustrato fibroso que comprende celulosa de acuerdo con el primer aspecto de la invención para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas; (iii) preparar una composición de fabricación de papel de la pulpa en la etapa (i), la suspensión acuosa preparada en la etapa (ii), y otros aditivos opcionales; y (iv) formar un producto de papel a partir de dicha composición de fabricación de papel.

Así, puesto que el sustrato de celulosa para la preparación de la suspensión acuosa ya ha sido preparado para el propósito de hacer las composiciones de fabricación de papel, la etapa de formar la suspensión acuosa no necesariamente requiere una etapa separada de preparar el sustrato fibroso que comprende celulosa.

Se ha encontrado sorprendentemente que los productos de papel preparados usando la suspensión acuosa de la presente invención exhiben propiedades físicas y mecánicas mejoradas, mientras que al mismo tiempo permiten que el material inorgánico en partículas sea incorporado en niveles relativamente altos de carga. Así, los papeles mejorados pueden ser preparados en costes relativamente menores. Por ejemplo, se ha encontrado que los productos de papel preparado a partir de composiciones de fabricación de papel que comprenden la suspensión acuosa de la presente invención exhiben una retención mejorada del agente de relleno de material inorgánico en partículas en comparación con los productos de papel que no contienen ninguna de celulosa microfibrilada. También se ha encontrado que los productos de papel preparados a partir de composiciones de fabricación de papel que

comprenden la suspensión acuosa de la presente invención exhiben una mejorada resistencia al estallido y resistencia a la tensión. Además, se ha encontrado que la incorporación de la celulosa microfibrilada reduce la porosidad comparado con el papel que comprende la misma cantidad de relleno, pero no de celulosa microfibrilada. Esto es ventajoso puesto que los altos niveles de carga de relleno están generalmente asociados con valores relativamente altos de porosidad y son perjudiciales para la capacidad de impresión.

5

Composición de recubrimiento de papel y el proceso de recubrimiento

La suspensión acuosa de la presente invención se puede utilizar como una composición de recubrimiento sin la adición de aditivos adicionales. Sin embargo, opcionalmente, se puede agregar una pequeña cantidad de espesante tal como carboximetil celulosa o espesantes acrílicos hinchables alcalinos o espesantes asociados.

10 Si se desea, la composición de recubrimiento de acuerdo con la presente invención puede contener uno o más componentes opcionales adicionales. Tales componentes adicionales, cuando están presentes, se seleccionan adecuadamente de aditivos conocidos para composiciones de recubrimiento de papel. Algunos de estos aditivos opcionales pueden proveer más de una función en la composición de recubrimiento. Ejemplos de clases conocidas de aditivos opcionales son los siguientes:

15 (a) uno o más pigmentos adicionales: las composiciones descritas aquí pueden ser utilizadas como pigmentos individuales en las composiciones de recubrimiento de papel, o pueden ser utilizados en conjunción una con otra o con otros pigmentos conocidos, tal como, por ejemplo, sulfato de calcio, blanco satén, y el así llamado "pigmento plástico". Cuando se utiliza una mezcla de pigmentos, el contenido total de sólidos de pigmento está presente preferiblemente en la composición en una cantidad de al menos aproximadamente 75% en peso del peso total de los componentes secos de la composición de recubrimiento;

20

(b) uno o más agentes aglomerantes o coaglomerantes: por ejemplo, látex, que puede ser, opcionalmente, carboxilado, incluyendo: un látex de goma de estireno-butadieno; un látex de polímero acrílico; un látex de acetato de polivinilo; o un látex de copolímero acrílico de estireno, derivados de almidón, carboximetilcelulosa de sodio, alcohol polivinílico, y proteínas;

25 (c) uno o más agentes de entrecruzamiento: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 5% en peso por ejemplo, glioxales, resinas de melamina formaldehído, carbonatos de zirconio amonio; uno o más aditivos de mejora de selección en seco o en húmedo: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, resina de melamina, emulsiones de polietileno, formaldehído de urea, formaldehído de melamina, poliamida, estearato de calcio, estireno anhídrido maleico y otros; uno o más aditivos de mejora a la fricción en seco o en húmedo y resistencia a la abrasión: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, resinas basadas en glioxal, polietilenos oxidados, resinas de melamina, urea formaldehído, melamina formaldehído, cera de polietileno, estearato de calcio y otros; uno o más aditivos de resistencia al agua: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, polietilenos oxidados, resina de cetona, látex aniónico, poliuretano, SMA, glioxal, resina de melamina, urea formaldehído, melamina formaldehído, poliamida, glioxales, estearatos y otros materiales disponibles comercialmente para esta función;

35

(d) uno o más auxiliares de retención de agua: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, carboximetilcelulosa de sodio, hidroxietil celulosa, PVOH (alcohol polivinílico), almidones, proteínas, poliacrilatos, gomas, alginatos, bentonita poliacrilamida y otros productos disponibles en el mercado que se venden para este tipo de aplicaciones;

40 (e) uno o más modificadores y/o espesantes de viscosidad: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso; por ejemplo, espesantes asociativos de acrílico, poliacrilatos, copolímeros de emulsión, dicianamida, trioles, éter de polioxietileno, urea, aceite castor sulfatado, polivinil pirrolidona, CMC (carboximetil celulosas, por ejemplo carboximetil celulosa de sodio), alginato de sodio, goma de xantano, silicato de sodio, copolímeros de ácido acrílico, HMC (hidroximetil celulosas), HEC (hidroxietilcelulosas) y otros;

45 (f) uno o más auxiliares de lubricidad/calandrado: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, estearato de calcio, estearato de amonio, estearato de zinc, emulsiones de cera, ceras, dímero de alquilcetano, glicoles; uno o más aditivos de retención de tinta brillante: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, polietilenos oxidados, emulsiones de polietileno, ceras, caseína, goma de guar, CMC, HMC, estearato de calcio, estearato de amonio, alginato de sodio y otros;

50 (g) uno o más dispersantes: el dispersante es un aditivo químico, que cuando está presente en una cantidad suficiente, es capaz de actuar sobre las partículas del material inorgánico en partículas para prevenir o restringir de manera efectiva la floculación o aglomeración de las partículas a un grado deseado, de acuerdo con los requisitos normales de procesamiento. El dispersante puede estar presente en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, e incluye, por ejemplo, polielectrolitos tales como poliacrilato y copolímeros que contienen especies de poliacrilato, especialmente sales de poliacrilato (por ejemplo, sodio y aluminio, opcionalmente, con una sal de metal del grupo II), hexametáfosfatos de sodio, poliol no iónico, ácido polifosfórico, fosfato de sodio condensado,

55

5 surfactante no iónico, alcanolamina y otros reactivos usados comúnmente para esta función. El dispersante puede ser, por ejemplo, seleccionada de materiales dispersantes convencionales comúnmente utilizadas en el procesamiento y la trituración de materiales inorgánicos en partículas. Tales dispersantes serán bien conocidos por los expertos en esta técnica. Son generalmente sales solubles en agua capaces de suministrar especies aniónicas que, en sus cantidades efectivas se pueden adsorber en la superficie de las partículas inorgánicas y por lo tanto inhiben la agregación de las partículas. Las sales no solvatadas incluyen convenientemente cationes de metales alcalinos tales como sodio. La solvatación puede en algunos casos ser asistida haciendo la suspensión acuosa ligeramente alcalina. Ejemplos de dispersantes adecuados incluyen: fosfatos condensados solubles en agua, por ejemplo, sales de polimetafosfato [forma general de las sales de sodio: $(\text{NaPO}_3)_x$] tal como metafosfato tetrasódico o así llamado "hexametafosfato de sodio" (sal de Graham); sales de ácidos polisilícicos solubles en agua; polielectrolitos; sales de homopolímeros o copolímeros de ácido acrílico o ácido metacrílico, o sales de polímeros de otros derivados del ácido acrílico, que tiene adecuadamente una masa molecular promedio en peso de menos de aproximadamente 20,000. Son especialmente preferidos el hexametafosfato de sodio y el poliácido de sodio, teniendo el último convenientemente una masa molecular promedio en peso en el rango de aproximadamente 1,500 a aproximadamente 10,000;

10 (h) uno o más antiespumantes y desespumantes: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, por ejemplo, mezclas de surfactantes, fosfato de tributilo, ésteres de polioxietileno graso, más alcoholes grasos, jabones de ácidos grasos, emulsiones de silicona y otras composiciones que contienen silicona, ceras y partículas inorgánicas en aceite mineral, mezclas de hidrocarburos emulsionados y otros compuestos que se venden comercialmente para llevar a cabo esta función;

(i) uno o más agentes abrillantadores ópticos (OBA) y agentes de blanqueamiento fluorescentes (FWA): por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, por ejemplo, derivados de estilbena;

(j) uno o más colorantes: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 0.5% en peso;

25 (k) uno o más agentes biocidas/de control a la descomposición: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, por ejemplo, biocidas oxidantes tales como cloro gaseoso, gas dióxido de cloro, hipoclorito de sodio, hipobromito de sodio, hidrógeno, peróxido, óxido peracético, bromuro de amonio/ hipoclorito de sodio, o biocidas no oxidantes tal como GLUT (glutaraldehído, CAS No. 90045-36-6), ISO (CIT/MIT) (isotiazolinona, CAS No. 55956-84-9 y 96118-96-6). ISO (BIT/MIT) (isotiazolinona), ISO (BIT) (isotiazolinona, CAS No. 2634-33-5), DBNPA, BNPD (Bronopol), NaOPP, CARBAMATO, TIONA (Dazomet), EDDM - dimetanol (O-formal), HT - Triazina (N-formal), THPS - tetrakis (O-formal), TMAD - diurea (N-formal), metaborato, dodecibenceno sulfonato de sodio, tiocianato, organosulfuro, benzoato de sodio y otros compuestos vendidos comercialmente para esta función, por ejemplo, el gama de polímeros biocidas vendidos por Nalco;

30 (l) uno o más auxiliares de nivelación y de igualación: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, poliol no iónico, emulsiones de polietileno, derivados de ácidos grasos, ésteres y alcohol, alcohol/óxido de etileno, estearato de calcio y otros compuestos vendidos comercialmente para esta función;

(m) uno o más aditivos de resistencia a la grasa y al aceite: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, polietilenos oxidados, látex, SMA (estireno anhídrido maleico), poliamida, ceras, alginato, proteínas, CMC, y HMC.

40 Si se desea, cualquiera de los aditivos anteriores y tipos de aditivos se pueden utilizar solos o en mezclas uno con otro y con otros aditivos.

Para todos los aditivos anteriores, los porcentajes en peso indicados se basan en el peso seco del material inorgánico en partículas (100%) presente en la composición. Cuando el aditivo está presente en una cantidad mínima, la cantidad mínima puede ser de aproximadamente 0.01% en peso con base en el peso en seco de pigmento.

45 El proceso de recubrimiento se lleva a cabo utilizando técnicas estándar que son bien conocidas por la persona experta. El proceso de recubrimiento también puede involucrar el calandrado o supercalandrado del producto recubierto.

50 Los métodos de recubrimiento de papel y otros materiales de lámina, y aparato para realizar los métodos, son ampliamente publicados y bien conocidos. Tales métodos y aparatos conocidos se pueden usar convenientemente para la preparación de papel recubierto. Por ejemplo, hay una revisión de tales métodos publicados en Pulp and Paper International, May 1994, page 18 et seq. Las láminas se pueden revestir en la máquina que forma la lámina, esto es, "en la máquina" o "fuera de la máquina" en un dispositivo de recubrimiento o la máquina de recubrimiento. El uso de altas composiciones sólidas es deseable en el método de recubrimiento, puesto que deja menos agua para evaporar subsecuentemente. Sin embargo, como es bien conocido en la técnica, el nivel de sólidos no debe ser tan alto que se introduzcan problemas de alta viscosidad y de nivelación. Los métodos de recubrimiento pueden realizarse usando un aparato que comprende (i) una aplicación para aplicar la composición de recubrimiento al

- material a recubrir y (ii) un dispositivo de medición para garantizar que se aplica un nivel correcto de composición de recubrimiento. Cuando se aplica un exceso de composición de recubrimiento al aplicador, el dispositivo de medición está corriente abajo del mismo. Alternativamente, la cantidad correcta de composición de recubrimiento se puede aplicar al aplicador por el dispositivo de medición, por ejemplo, como una prensa de película. En los puntos de aplicación de recubrimiento y de medición, los rangos de soporte de hoja de papel desde un rodillo de apoyo, por ejemplo, a través de uno o dos aplicadores, a nada (esto es, la tensión justa). El tiempo que el recubrimiento está en contacto con el papel antes de que el exceso sea eliminado finalmente es el tiempo de permanencia - y este puede ser corto, largo o variable.
- El recubrimiento se agrega usualmente mediante una cabeza de recubrimiento en una estación de recubrimiento. De acuerdo con la calidad deseada, los grados de papel son sin recubrimiento, recubrimiento individual, recubrimiento doble e incluso recubrimiento triple. Cuando se provee más de un recubrimiento, el recubrimiento inicial (prerecubrimiento) puede tener una formulación más barata y opcionalmente pigmento más grueso en la composición de recubrimiento. Un dispositivo de recubrimiento que está aplicando recubrimiento sobre cada lado del papel tendrá dos o cuatro cabezas de recubrimiento, dependiendo del número de capas de recubrimiento aplicadas en cada lado. La mayoría de cabezas de recubrimiento recubren solamente un lado a la vez, pero algunos aparatos de recubrimiento de rodillo (por ejemplo, prensas de películas, rodillos de compuerta, y prensas de encolado) recubren ambos lados en una sola pasada.
- Ejemplos de aparatos de recubrimiento conocidos que se pueden emplear incluyen, sin limitación, aparatos de recubrimiento por cuchilla de aire, aparatos de recubrimiento por cuchilla, aparatos de recubrimiento de varilla, aparatos de recubrimiento de barras, aparatos de recubrimiento de cabezas múltiples, aparatos de recubrimiento de rodillo, aparatos de recubrimiento de rodillo o cuchilla, aparatos de recubrimiento de fundición, aparatos de recubrimiento de laboratorio, aparatos de recubrimiento de grabado, aparatos de recubrimiento de toque suave, sistemas de aplicación de líquidos, aparatos de recubrimiento de rodillo reverso, aparatos de recubrimiento de cortina, aparatos de recubrimiento de pulverización y aparatos de recubrimiento de extrusión.
- Se puede agregar agua a los sólidos que comprenden la composición de recubrimiento para dar una concentración de sólidos que es preferiblemente de tal manera que, cuando la composición es puesta como recubrimiento sobre una lámina a un peso de recubrimiento del objetivo deseado, la composición tiene una reología que es adecuada para permitir que la composición sea recubierta con una presión (esto es, una presión de la cuchilla) de entre 1 y 1.5 bar.
- El calandrado es un proceso bien conocido en el que se mejora la suavidad y el brillo del papel y se reduce el volumen haciendo pasar una lámina de papel recubierta entre labios o rodillos de la calandria una o más veces. Usualmente, se emplean rodillos recubiertos de elastómero para dar prensado de composiciones de alto contenido de sólidos. Se puede aplicar una temperatura elevada. Se pueden aplicar uno o más pasos (por ejemplo, hasta aproximadamente 12, o, a veces superior) a través de los labios.
- Productos de papel recubiertos preparados de acuerdo con la presente invención y que contienen agente abrillantador óptico en el recubrimiento pueden exhibir una brillantez tal como se mide de acuerdo con el estándar ISO 11475 que es al menos 2 unidades mayor, por ejemplo al menos 3 unidades mayor en comparación con un producto de papel recubierto que no comprende celulosa microfibrilada que ha sido preparada de acuerdo con la presente invención. Productos de papel recubiertos preparados de acuerdo con la presente invención pueden exhibir una suavidad Parker Print Surf medida de acuerdo con el estándar ISO 8971-4 (1992) que es al menos 0.5 μm más suave, por ejemplo al menos aproximadamente 0.6 μm más suave, o al menos aproximadamente 0.7 μm más suave en comparación con un producto de papel recubierto que no comprende celulosa microfibrilada que ha sido preparado de acuerdo con la presente invención.
- Las realizaciones de la presente invención se describirán ahora a manera de ilustración solamente, con referencia a los siguientes ejemplos.
- Ejemplos**
- Utilizamos el siguiente procedimiento para caracterizar las distribuciones de tamaño de partícula de las mezclas de minerales (GCC o caolín) y fibras de pulpa de celulosa microfibriladas.
- carbonato de calcio
- Una muestra de pasta cotriturada suficiente para dar 3 g de material seco es pesada en un vaso, se diluye a 60 g con agua desionizada, y se mezcla con 5 cm^3 de una solución de poliacrilato de sodio de 1.5% p/v activo. Además se agrega agua desionizada con agitación para una pasta final de peso de 80 g.
- caolín

Una muestra de pasta cotriturada suficiente para dar 5 g de material seco es pesada en un vaso, se diluyó a 60 g con agua desionizada, y se mezcla con 5 cm³ de una solución de carbonato de sodio de 1.0% en peso y 0.5% en peso de hexametafosfato de sodio. Además se agrega agua desionizada con agitación para una pasta final de peso de 80 g.

5 La pasta se agrega entonces en alícuotas de 1 cm³ a agua en la unidad de preparación de la muestra unida a la Mastersizer S hasta que se muestra el nivel óptimo de oscurecimiento (normalmente de 10 - 15%). Entonces el procedimiento de análisis de dispersión de luz se lleva a cabo. El rango del instrumento seleccionado fue 300RF: 0.05-900, y la longitud del haz ajustado a 2.4 mm.

10 Para las muestras cotrituradas que contienen carbonato de calcio y fibra se utilizó el índice de refracción para el carbonato de calcio (1.596). Para muestras cotrituradas de caolín y la fibra se utilizó el RI para el caolín (1.5295).

La distribución del tamaño de partícula se calcula a partir de la teoría de Mie y dio la salida como una distribución basada en volumen diferencial. La presencia de dos picos distintos se interpretó como el resultado del mineral (pico más fino) y fibra (pico más grueso).

15 El pico de mineral más fino se ajustó a los puntos de datos medidos y sustraído matemáticamente a partir de la distribución para dejar el pico de fibra, que se convirtió en una distribución acumulativa. Del mismo modo, el pico de fibra se sustrajo matemáticamente a partir de la distribución original para dejar el pico mineral, que también se convirtió en una distribución acumulativa. Estas dos curvas acumulativas se utilizaron entonces para calcular el tamaño medio de partícula (d_{50}) y la tendencia de la distribución ($d_{30}/d_{70} \times 100$). La curva diferencial se utilizó para encontrar el tamaño modal de partícula tanto para las fracciones minerales como de fibra.

20 **Ejemplo 1**

Se introdujeron 400 cm³ de agua y 750 g de harina de mármol (10% en peso < tamaño de partícula de 2 µm, por Sedigraph) en un recipiente de trituración y se agregaron 1.5 kg de medios de trituración de cerámica (Carbolite® 16/20, disponible de CARBO Ceramics Inc.). La mezcla se agitó a 950 rpm durante 60 minutos. El medio se separó de la pasta y se retiró una pequeña muestra para verificar el tamaño de partícula (usando un Micromeritics SEDIGRAPH®) que era de 57% en peso < 2 µm.

El mismo triturador se utilizó para cada uno de los Ejemplos. Este triturador es un molino vertical que comprende un recipiente de trituración cilíndrico que tiene un diámetro interno de 14.5 cm y un eje impulsor vertical que tiene una sección transversal circular y un diámetro de 1.8 cm. El eje está equipado con 4 propulsores colocados en un diseño X. Los impulsores tienen una sección transversal circular y un diámetro de 1.8 cm. Los impulsores son de 6.5 cm de largo, medidos desde el centro del eje vertical a la punta del impulsor.

Ejemplo 2

Se introdujeron 400 cm³ de agua y 750 g de harina de mármol (11-15% en peso < tamaño de partícula de 2 µm, por Sedigraph) en un recipiente de trituración y se agregaron 1.5 kg de medios de trituración de cerámica (Carbolite® 16/20, disponible de CARBO Ceramics Inc.). La mezcla se agitó a 950 rpm durante 30 minutos. Se retiró una pequeña muestra y se midió el tamaño de partícula del producto (usando un Micromeritics SEDIGRAPH®) al 57% en peso < 2 µm. Una alícuota de pulpa de madera blanda blanqueada batida en una batidora Valley para un Canadian Standard Freeness (CSF) de 520 cm³ se filtró a través de un tamiz con el fin de obtener una lámina húmeda a 20% en peso de sólidos que contienen 37.5 g en seco de fibra. Esta lámina se agregó a la trituradora y la molienda continuó a 950 rpm durante otros 30 minutos. Durante la trituración se agregaron 200 cm³ de agua. El medio se separa de la pasta, y las fibras de más de 38 µm se eliminaron usando un tamiz BSS que tiene un número de malla de 400. Se midió el tamaño de partícula de la composición de relleno (utilizando un Micromeritics SEDIGRAPH®) y dio un resultado de 48% en peso < 2 µm.

Ejemplo 3

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, esta vez continuando la segunda etapa de molienda durante 60 minutos. Durante la trituración se agregaron 200 cm³ de agua. Se midió la distribución del tamaño de partícula del producto y dio un valor de 42% en peso < 2 µm.

Ejemplo 4

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, esta vez continuando la segunda etapa de molienda durante 120 minutos. Durante la trituración se agregaron 650 cm³ de agua. Se midió la distribución del tamaño de partícula del producto y dio un valor de 40% en peso < 2 µm.

Ejemplo 5

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, esta vez continuando la segunda etapa de trituración durante 260 minutos. Durante la trituración se agregaron 1270 cm³ de agua. Se midió la distribución del tamaño de partícula del producto y dio un valor de 40% en peso < 2 µm.

Ejemplo 6

- 5 Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, esta vez continuando la segunda etapa de molienda durante 380 minutos. Durante la trituración se agregaron 1380 cm³ de agua. Se midió la distribución del tamaño de partícula del producto y dio un valor de 57% en peso < 2 µm.

Ejemplo 7 - evaluación de los productos como agentes de relleno en papel

- 10 Algunos de los productos preparados de acuerdo con los ejemplos anteriores se probaron como agentes de relleno en hojas de prueba de papel. Se utilizó un lote de pulpa de madera blanda blanqueada de químicamente que fue batida en una batidora Valley para dar un CSF de 520 cm³. Después de la desintegración y disolución al 2% de masa espesa, la fibra se diluyó al 0.3% en peso de consistencia para hacer la hoja. Se agregó pasta de relleno junto con el auxiliar de retención (Ciba Percol 292, 0.02% en peso en el acabado). Se hicieron hojas de prueba a un peso base de 80 gm⁻² usando un molde de hoja de prueba British de acuerdo con métodos estándar, por ejemplo, TAPPI T205 o SCAN C 26:76 (M 5:76).

Los valores de retención de los agentes de relleno se listan a continuación en la Tabla 1, y muestran que los rellenos cotriturados tienen una retención superior a la carga de control.

Tabla 1. Valores de retención del primer paso

Ej. 1 control	Ej. 2 cotriturado	Ej. 3 cotriturado
51%	63%	63%

- 20 Se realizaron dos estudios separados para hacer láminas y los resultados se dan en las Tablas 2 y 3 a continuación. Las propiedades del papel están interpoladas en 30% en peso de carga y se midieron de acuerdo con los métodos de prueba estándar, por ejemplo, TAPPI T220 or SCAN C28:76 (M 8:76).
- Resistencia al estallido: Probador de estallido de Messmer Büchnel de acuerdo con SCAN P 24.
 - Resistencia a la tensión: Probador de tensión Testometrics de acuerdo con SCAN P 16.
- 25
- Porosidad Bendtsen: Medida usando un probador de porosidad Bendtsen Modelo 5 de acuerdo con SCAN P21, SCAN P60, BS 4420 y Tappi UM 535
 - Volumen: Este es el recíproco de la densidad aparente medida de acuerdo con SCAN P7.
 - Brillantez ISO: La brillantez ISO de la hoja de prueba se midió por medio de un medidor de brillantez Elrepho Datacolour 3300 equipado con un filtro No. 8 (longitud de onda de 457 nm), de acuerdo con la ISO 2470:1999 E.
- 30
- Opacidad: La opacidad de una muestra de papel se mide por medio de un espectrofotómetro Elrepho Datacolor 3300 utilizando una longitud de onda apropiada para la medición de opacidad. El método de prueba estándar es el ISO 2471. En primer lugar, una medición del porcentaje de la luz incidente reflejada está hecha con una pila de al menos diez láminas de papel sobre una cavidad negra (Rinfinito). La pila de láminas se sustituye entonces con una lámina de papel individual, y se hace una segunda medición del porcentaje de reflectancia de la lámina individual en la cubierta de color negro (R). El porcentaje de opacidad se calcula entonces a partir de la fórmula: Porcentaje de opacidad = 100 x R/ Rinfinito.
- 35

Tabla 2.

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g ⁻¹	% de Resistencia al estallido sin relleno	Índice de tensión Nm g ⁻¹	% de Resistencia a la tensión sin relleno	Porosidad Bendtsen cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	54	100	59.5	100	790	1.64	84.9	74.0
Ej. 1	11	21.0	14	26.0	1900	1.53	90.6	89.0
Ej. 2	18	31.0	24	40.5	1490	1.51	89.3	88.1
Ej. 3	15	28.0	23	39.0	1490	1.49	89.0	88.1

Tabla 3.

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g ⁻¹	% de Resistencia al estallido sin relleno	Índice de tensión Nm g ⁻¹	% de Resistencia a la tensión sin relleno	Porosidad Bendtsen cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	55.5	100	63	100	650	1.59	85.5	73.7
Ej. 1	9.5	17.5	15	25.0	2250	1.55	90.7	88.9
Ej. 4	15	26.0	22.5	35.0	700	1.46	90.5	88.5
Ej. 5	16	30.0	23	35.0	500	1.44	90.1	88.9
Ej. 6	16	30.0	24	39.0	400	1.45	89.7	89.4

5 Ejemplo 8

Se dispersaron 4 kg secos de relleno de caolín, Intramax® 57, en 6000 cm³ de agua usando un mezclador de alta energía. El pH era de 4.8. Esto se utilizó como una suspensión de reserva para experimentos adicionales. Se midió la distribución del tamaño de partícula (usando un Micromeritics Sedigraph®) y dio valores de 57% en peso <2 2 µm, y 38% en peso <1 µm.

10 Ejemplo 9

Se procesaron 2 kg de la suspensión de masa anterior de caolín durante 5 pasos a través de un homogeneizador Manton Gaulin (APV) a una presión de 500 bar. El producto resultante se utilizó como un control en pruebas adicionales de fabricación de papel. Se midió la distribución del tamaño de partícula (usando un Micromeritics Sedigraph®) y dio valores de 62% en peso <2 µm, y 43% en peso <1 µm.

15 Ejemplo 10

Se colocaron 2 kg adicionales de la suspensión de masa de caolín en un mezclador de alta energía. Una suspensión de pulpa de madera blanda blanqueada fue batida en una batidora Valley para un CSF de 520 cm³ y esto se filtró en un probador de consistencia estándar para dar una lámina húmeda a 15% de sólidos secos. 133.5g de esta pulpa húmeda se agregó a la suspensión de caolín y se agitó hasta que las fibras se mezclaron bien con el caolín, para dar un nivel de pulpa seca de 2.5% en peso en caolín seco. También se agregaron 440 cm³ de agua para mejorar la fluidez. Esta suspensión al 33% en peso de sólidos se pasó entonces a través del homogeneizador Gaulin bajo las mismas condiciones que en el Ejemplo 9. Se midió la distribución del tamaño de partícula del producto (usando un Micromeritics Sedigraph ®) y dio valores de 62% en peso < 2 µm, y 45% en peso < 1 µm.

20

Ejemplo 11

5 Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 10, esta vez agregando 267g de pulpa húmeda a 2 kg masa de suspensión de caolín, para dar un nivel de 5% en peso de pulpa seca en caolín seco. La suspensión también se diluyó a aproximadamente 30% en peso de sólidos con 440 cm³ de agua, y la suspensión se procesó a través del homogeneizador utilizando las mismas condiciones que en los Ejemplos 9 y 10. Se midió la distribución del tamaño de partícula (usando un Micromeritics Sedigraph®) y dio valores de 58.5% en peso < 2 µm, y 42% en peso < 1µm.

Ejemplo 12 - Evaluación de los productos como agentes de relleno en papel

10 Los productos preparados de acuerdo con los ejemplos anteriores se probaron como agentes de relleno en hojas de prueba de papel. Se utilizó un lote de celulosa de madera blanda blanqueada químicamente que fue batida en una batidora Valley para dar un CSF de 520 cm³. Después de la desintegración y la disolución para 2% de masa espesa, la fibra se diluyó adicionalmente a 0.3% en peso de consistencia para la hacer la lámina. Se agrega la pasta de relleno junto con el auxiliar de retención (Ciba Percol 292, 0.02% en peso en el acabado). Se hicieron hojas de prueba a un peso base de 80 gm⁻² usando un molde de hojas de prueba British.

15 Los valores de retención de los agentes de relleno se listan a continuación en la Tabla 4, y muestran que los agentes de relleno coprocesados tienen una retención superior al agente de relleno de control.

Tabla 4. Valores de retención del primero paso

Ej. 9 control	Ej. 10 coprocesado	Ej. 11 coprocesado
54%	66%	71%

Se realizó un estudio para hacer la hoja y los resultados se dan en la Tabla 5 a continuación. Las propiedades del papel son interpolados a 30% en peso de carga

Tabla 5

Agente de relleno	Índice de tensión Nm g ⁻¹	% de Resistencia a la tensión sin relleno	Porosidad Bendtsen cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Aspereza PPS 1000 kPa	Brillantez -F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	64	100	785	1.58	10.0	85.5	72.8
Ej. 9	20	31.0	755	1.48	8.4	82.2	91.9
Ej. 10	24	39.0	610	1.47	8.6	82.2	91.9
Ej. 11	30	46.0	780	1.50	9.0	82.2	91.9

Ejemplo 13

20 Se empaparon 400 g de pulpa kraft de madera blanda blanqueada (Pino Botnia RM90) en 20 litros de agua durante 6 horas, luego se convirtieron en lodo en un mezclador mecánico. La masa así obtenida se vertió entonces en un batidor Valley de laboratorio y refinado bajo carga durante 28 minutos para obtener una muestra de pulpas refinadas batidas a un Canadian Standard Freeness (CSF) de 525 cm³. Una segunda muestra se preparó convirtiendo en lodo pero no se refinó en absoluto. Los resultados del grado de refinación y los tiempos de refinación se dan en la Tabla 6 a continuación:

Tabla 6. Condiciones de Refinación

	Tiempo de refinación, minutos	CSF, cm ³
Muestra de pulpa A	0	705
Muestras B	28	525

5 Cada una de estas pulpas fue entonces desaguada, usando un probador de consistencia (Testing Machines Inc.) para obtener una almohadilla de pulpa húmeda en entre 13 y 18% en peso de sólidos. Esto fue utilizado entonces en experimentos de cotrituración tal como se detalla a continuación: 630 g de una pasta de mármol triturado que tiene un tamaño de partícula (medido por Sedigraph) de 60% <2 µm e.s.d. se pesó en un recipiente de trituración. El peso seco fue de 233 g. Se agregó pulpa húmeda de la etapa de desaguado descrita anteriormente para dar 11,6 g (peso seco) de pulpa. La pulpa se mezcló exhaustivamente con la pasta mineral y luego se adicionaron 1485 g de medios Carbolite® 16/20 y agua requerida para dar una concentración en volumen medio (MVC) de 50% y un contenido de sólidos de la suspensión de 35% en peso. Las muestras se trituraron a 1000 RPM hasta que se había impartido una entrada de energía de 2500 y 5000 kWh/t (expresados sobre fibra seca) a las muestras. El recipiente se retira entonces del triturador y los medios se separaron usando un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 600 µm.

10 Los productos hechos de la muestra de Pulpa A (sin refinar) y B (refinada a 525 cm³) se compararon usando la prueba de Incremento de Estallido del Papel de Filtro (FPIS) (como se describe más adelante). Los resultados se resumen en la Tabla 7.

Tabla 7. Incremento de estallido del papel de filtro

Agente de relleno	Pulpa/energía utilizada durante la cotrituración	% en peso de fibra en el producto por calcinación	d ₅₀ de Fibra mm	Tendencia de la fibra (d ₃₀ /d ₇₀ x 100)	% de FPBI
Control	Solamente agua	-	-	-	10.3
1	Pulpa A 2500 kWh/t	4.3	98.6	28.7	25.2
2	Pulpa A 5000 kWh/t	4.9	32.9	37.7	21.4
3	Pulpa B 2500 kWh/t	5.0	80.0	31.7	20.0
4	Pulpa B 5000 kWh/t	5.0	26.5	40.2	22.9

15 - prueba de estallidos del papel de filtro

Esta prueba se desarrolló para predecir la capacidad de reforzamiento de fibras de pastas cotrituradas que contienen MFC preparadas de acuerdo con el Ejemplo 13 anterior.

20 Se utilizaron papeles de filtro de 15 cm de diámetro (No. 597, Schleicher & Schuell). Las láminas se seleccionaron por peso para estar a 0.02 g una con respecto a la otra. Un peso seco típico de una lámina individual fue de 1.4 g.

25 Se preparó una suspensión de mineral cotriturado y pulpa como se describe en los Ejemplos 25-29 anteriores y se diluyó con agua hasta un 0.25% de sólidos. Un papel de filtro individual seleccionado anteriormente se humedeció con agua y se colocó en el cable de un aparato de prueba estándar de consistencia (TMI Testing Machines Inc, Ronkonkoma, NY). Las alícuotas de la suspensión de 150 cm³, 200 cm³, 250 cm³ and 300 cm³ se filtraron cuidadosamente utilizando vacío aplicado a través del papel de filtro y los filtrados, si estaban turbios, se volvieron a pasar a través de la esterilla para garantizar una buena retención de los componentes activos. El papel de filtro y sus sólidos retenidos se secaron entonces a 50% de HR y 23°C soportados sobre discos de secado de acero y separadas por anillos de plástico de secado (Testing Machines Inc.).

30 Los papeles secos se probaron para resistencia al estallido usando un probador automático de estallido Messmer Büchel. Se obtuvieron 5 mediciones en cada lámina y se promediaron. Las láminas se secaron entonces a 100 °C durante 1 hora, se colocaron en un contenedor tarado sellado, y se pesaron a 3 dp. Se construyó un gráfico de peso de la lámina contra la presión de estallido, de la cual se interpola la presión de estallido con un peso de 2.0 g (*a* kPa). También se midió la presión media de estallido del papel de filtro en sí (*b* kPa) de 3 láminas seleccionadas, acondicionadas bajo la misma temperatura y humedad. El incremento en la presión de estallido se calculó entonces mediante la siguiente ecuación:

35
$$\text{Incremento de estallido del papel de filtro (FPBI)} = (a - b) / b \times 100.$$

Como control, el agua se pasó solamente a través del disco de papel de filtro. Esto también tuvo un efecto positivo en el estallido, pero significativamente menor que cuando el MFC estaba presente (véase la Tabla 7).

40 Las muestras producidas anteriormente se caracterizaron adicionalmente en términos de su tamaño de partícula usando el Malvern Mastersizer (Malvern Instruments, Reino Unido). Los resultados se registran en términos de los

tamaños medios (d_{50}) de las fracciones de pulpa. También se registró la tendencia del tamaño de partícula de la fracción de fibra. Estos datos también se listan en la Tabla 7.

- 5 Las muestras hechas a partir de pulpas A y B se compararon adicionalmente en un estudio de hoja de prueba. La pulpa receptora para estos rellenos se preparó a partir del mismo lote Botnia RM90 batido a un CSF de 520 cm^3 , similar a la muestra B. El auxiliar de retención fue Percol 292 (Ciba) añadido al 0.06% en peso sobre el total de sólidos en el acabado. Las hojas de prueba se prepararon a 80 gm^{-2} y probadas para la resistencia al estallido y a la tensión, volumen, porosidad Bendtsen, reflectancia a 457 nm (brillantez ISO), y opacidad. Se obtuvieron 3 cargas y los resultados se interpolan a un nivel de carga del 30% en peso (véase la Tabla 8). Las designaciones de relleno se refieren a la Tabla 7.
- 10 Los resultados de la Tabla 8 muestran que los agentes de relleno cotriturados dan resistencia incrementada, porosidad reducida y opacidad incrementada sin detrimento de la brillantez, todas propiedades deseables. El incremento en la resistencia es suficiente para permitir que se incremente la carga de relleno de 25% en peso usando agente de relleno GCC estándar a 33% en peso con agente de relleno cotriturado.

Tabla 8. Resultados de la hoja de prueba

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g^{-1}	Índice de tensión Nm g^{-1}	Porosidad Bendsten $\text{cm}^3 \text{ min}^{-1}$	Volumen $\text{cm}^3 \text{ g}^{-1}$	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	65.4	64.9	481	1.51	86.4	72.5
GCC de Control 60-2 μm	13.5	19.5	1500	1.525	90.8	88.2
1	19.5	25.5	510	1.43	91.0	89.1
2	19	25	420	1.40	90.9	89.1
3	18.5	28.5	340	1.41	91.0	89.4
4	17.5	25.5	390	1.41	91.0	89.9

- 15
- Ejemplo 14**
- Se empararon 400 g de pulpa kraft de madera blanda blanqueada sin refinar (pino Botnia RM90) en 20 litros de agua durante 6 horas, y luego se convierten en lodo en un mezclador mecánico. La masa así obtenida fue entonces vertida en un batidor de laboratorio Valley y refinado bajo carga durante 28 minutos para obtener una muestra de pulpa refinada batida hasta un Canadian Standard Freeness (CSF) de 525 cm^3 . La pulpa fue entonces desaguada usando un probador de consistencia (Testing Machines Inc.) para obtener una almohadilla de pulpa húmeda en 19.1% en peso de sólidos. Esta fue entonces utilizado en experimentos de cotrituración tal como se detalla a continuación: 651 g de una pasta de Carbital 60HS™ (77.9% en peso de sólidos) se pesó en un recipiente de trituración. Se agregaron entonces 66.5 g de pulpa húmeda y se mezclaron con el carbonato. Se agregaron entonces 1485 g de medios de trituración Carbolite® 16/20 seguido por 147 g de agua para dar una concentración media en volumen de 50%. La mezcla se trituró junta a 1000 rpm hasta que se había gastado una entrada de energía de 10,000 kWh/t (expresado en fibra). El producto se separó del medio utilizando un tamiz BSS de 600 μm . El contenido de sólidos de la pasta resultante fue de 59.4% en peso y una viscosidad Brookfield (100 rpm) de 10,000 mPa.s. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450 °C y el tamaño de las fracciones minerales y de pulpa se midieron utilizando un Malvern Mastersizer.

- Ejemplo 15**
- Se pesaron en un recipiente de trituración 352 g de una pasta de Carbital 60HS™ (77.9% en peso de sólidos). Se agregaron entonces 71.8 g de pulpa húmeda y se mezclaron con el carbonato. Se agregaron entonces 1485 g de medios de trituración Carbolite 16/20 seguido por 296 g de agua para dar una concentración media en volumen de 50%. La mezcla se trituró junta a 1000 rpm hasta que se había gastado una entrada de energía de 10,000 kWh/t (expresado en fibra). El producto se separó de los medios utilizando un tamiz BSS de 600 μm . El contenido de sólidos de la pasta resultante fue 41.9% en peso y una viscosidad Brookfield a 100 rpm de 5,000 mPa.s. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450 °C y el tamaño de las fracciones minerales y de pulpa se midieron utilizando un Malvern Mastersizer.

- 40 **Ejemplo 16**

5 Se pesaron en un recipiente de trituration 287 g de una pulpa de Carbital 60HS™ (77.9% en peso de sólidos). Se agregaron entonces 87.9 g de pulpa húmeda y se mezclaron con el carbonato. 1485 g de medios de trituration Carbolite 16/20 seguidos por 311 g de agua para dar una concentración media en volumen 50%. La mezcla se trituró junta a 1000 rpm hasta que se había gastado una entrada de energía de 10,000 kWh/t (expresado en fibra). El producto se separó de los medios utilizando un tamiz BSS de 600 µm. El contenido de sólidos de la pasta resultante fue 36.0% en peso y una viscosidad Brookfield a 100 rpm de de 7000 mPa.s. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450 °C y el tamaño de las fracciones minerales y de pulpa se midieron utilizando un Malvern Mastersizer.

Tabla 9. Propiedades físicas de los pigmentos

Agente de relleno	Tamaño medio de GCC, d ₅₀ , µm	Tendencia de GCC (d ₃₀ /d ₇₀ x 100)	Tamaño medio de fibra, d ₅₀ , µm	% en peso de fibra en el producto
Carbital 60HS	1.49	28.1	-	0
Carbital 90HS	0.86	35.6	-	0
Carbopaque 90	0.78	40.6	-	0
Ej. 14	0.95	35.0	13.6	3.3
Ej. 15	0.69	40.2	10.1	5.6
Ej. 16	0.68	42.5	10.9	8.1

10 La Tabla 9 muestra que, además de triturar la fibra hasta un tamaño de partícula fino, la finura y la tendencia psd del GCC también se incrementó para que coincida con las de los pigmentos de control más finos, Carbital 90™ y Carbopaque 90™.

15 Las referencias y pigmentos cotriturados descritos anteriormente se realizaron en colores de recubrimiento y se llevó a cabo un estudio de recubrimiento de acuerdo con los siguientes ejemplos.

Ejemplo 17 (Control)

20 Se pesaron en un vaso 129 g de Carbital 60HS (= 100 g en seco), se mezclaron usando un agitador de laboratorio, y se agregaron 14 g de una suspensión al 50% de estireno - butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 7 partes de látex por cien de carbonato de calcio (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetil celulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 12%, seguido por 0.5 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira). El pH se ajustó a 8.7 usando NaOH. Se preparó un segundo color utilizando una dosis de látex incrementada de 9 pph.

Ejemplo 18 (Control)

25 Se pesaron en un vaso 129.7 g de Carbital 90 HS (= 100 g en seco), se mezclaron usando un agitador de laboratorio, y se agregaron 16 g de una suspensión al 50% de estireno - butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 8 partes de látex por cien de carbonato de calcio (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetil celulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 12%, seguido por 0.5 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira). El pH se ajustó a 8.9 usando NaOH. Se preparó un segundo color utilizando una dosis de látex incrementada de 10 pph.

Ejemplo 19 (Control)

30 Se pesaron en un vaso 139 g de Carbopaque 90 (= 100 g en seco), se mezclaron usando un agitador de laboratorio, y 16 g de una suspensión al 50% de estireno - butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 8 partes de látex por cien de carbonato de calcio (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetilcelulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 12%, seguido por 0.5 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira). El pH se ajustó a 8.6 usando NaOH. Se preparó un segundo color utilizando una dosis de látex incrementada de 10 pph.

Ejemplo 20 (control)

5 Se pesaron en un vaso 129.7 g de Carbital 90HS (= 100 g en seco), y 2.5 g de una celulosa en polvo disponible comercialmente de 1000 nm de tamaño promedio de partícula (valor del fabricante) previsto para el recubrimiento de papel (Arbocel MF40, J.Rettenmaier & Söhne, Holzmühle, Alemania), se agregaron con mezcla utilizando un agitador de laboratorio. Cuando el polvo se había dispersado totalmente, se agregaron 15 g de una suspensión al 50% de estireno – butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 7.5 partes de látex por cien de carbonato de calcio (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetil celulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 12%, seguido por 0.5 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira). El pH se ajustó a 8.6 usando NaOH.

Ejemplo 21

10 Se pesaron en un vaso 173.4 g del producto preparado de acuerdo con el Ejemplo 14 (= 103 g en seco), se mezclaron usando un agitador de laboratorio, y se agregaron 14 g de una suspensión al 50% de estireno - butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 7 piezas de látex por cien de carbonato de calcio seco (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetilcelulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 10%, seguido por 0.5 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira).
 15 El pH se ajustó a 8.8 usando NaOH. Se preparó un segundo color utilizando una dosis de látex incrementada de 9 pph.

Ejemplo 22

20 Se pesaron en un vaso 250.6 g del producto preparado de acuerdo con el Ejemplo 15 (= 105 g en seco), se mezclaron usando un agitador de laboratorio, y se agregaron 14 g de una suspensión al 50% de estireno - butadieno - látex acrilonitrilo (DL920, Dow Chemical) para dar una dosis de aglomerante de 7 partes de látex por cien de carbonato de calcio seco (pph). Se agregaron entonces 0.3 g en seco de carboximetilcelulosa (Finnfix 10, CP Kelco) como una solución al 10%, seguido por 0.375 g de una solución de agente abrillantador óptico (Blankophor P, Kemira). El pH se ajustó a 8.6 usando NaOH. Se preparó un segundo color utilizando una dosis de látex incrementada de 9 pph.

25 Los colores se colocaron como recubrimiento sobre un papel de base mecánica de sustancia de 70 gm⁻² usando un aparato de recubrimiento de hoja de laboratorio (agente de recubrimiento Dow) con cuchilla dosificadora. El peso de recubrimiento se ajustó mediante la dilución del color hasta que se obtuvo el mayor peso de recubrimiento, incrementando subsecuentemente la carga de la cuchilla para reducir el peso de recubrimiento. Se produjeron muestras de papel que tiene valores de peso de recubrimiento de aproximadamente 8 gm⁻² a 12 gm⁻². La velocidad fue de aproximadamente 10 m min⁻¹.
 30

Las muestras de papel recubierto se cortaron entonces en tiras y se acondicionarán durante 24 horas a 50% de HR y 23 °C antes de la prueba para la brillantez utilizando un espectrofotómetro Datacolor Elrepho 3300. Las mediciones de reflectancia se hicieron a 457 nm con y sin el componente UV en el haz de luz incidente. La diferencia entre los valores de reflectancia con y sin UV se registra como la fluorescencia. La suavidad de los papeles recubiertos se midió por un método de filtración de aire usando un instrumento de Parker Print Surf a una presión de 1000 kPa.
 35 Cada uno de los valores fue representado frente al peso de recubrimiento tal como se mide por la calcinación. Los resultados fueron entonces interpolados a un peso de recubrimiento común de 10 gm⁻² y se tabulan en la Tabla 11.

Tabla 10. Propiedades de color de recubrimiento

	pph del nivel de látex	Sólidos en % en peso	Viscosidad Brookfield a 100 rpm, mPa.s
Ej. 17	7	50.0	52
	9	49.2	52
Ej. 18	8	50.0	62
	10	42.7	86
Ej. 19	8	50.1	67
	10	49.9	69

(continuación)

	pph del nivel de látex	Sólidos en % en peso	Viscosidad Brookfield a 100 rpm, mPa.s
Ej. 20	7.5	45.8	67
Ej. 21	7	45.0	1008
	9	44.9	928
Ej. 22	7	38.2	1444
	9	38.3	1280

Tabla 11. Propiedades del papel a 10 gm⁻²

	pph del nivel de látex	Brillantez + %de UV	% de fluorescencia	Suavidad PPS 1000kPa µm
Ej. 17	7	79.3	2.2	7.5
	9	79.5	2.3	7.6
Ej. 18	8	79.5	2.4	7.8
	10	79.2	2.4	7.7
Ej. 19	8	80.6	2.3	7.2
	10	80.5	2.2	7.2
Ej. 20	7.5	80.4	3.1	7.6
Ej. 21	7	83.0	4.9	6.7
	9	82.4	5.0	6.8
Ej. 22	7	83.9	5.2	6.9
	9	83.7	5.2	6.9

5 Los resultados de la Tabla 11 muestran que la invención da brillantez incrementada, fluorescencia y suavidad incrementada.

Ejemplo 23

10 Se pesaron en un recipiente de trituración 630 g de una pasta de mármol triturado que tiene un tamaño de partícula (medido por Sedigraph) de 60% < 2 µm e.s.d.. El peso seco fue 233 g. Se agregaron 54 g de pulpa de eucalipto húmedo batido a un CSF de 525 cm³ (véase la Tabla 12), equivalentes a 11.6 g de peso seco. La pulpa fue mezclada exhaustivamente con la pasta de mineral y luego se agregaron 1485 g de medio de Carbolite 16/20 y 16 cm³ de agua. Esto equivale a una concentración medio en volumen (MVC) de 50% y un contenido de sólidos de la pasta de 35% en peso. Las muestras se trituraron a 1000 RPM hasta que se había impartió a las muestras una entrada de energía de 2500 y 5000 kWh/t (expresado en fibra seca). La temperatura alcanzó los 55 °C. El recipiente fue entonces retirado del triturador y los medios separados usando un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 600 µm.

Ejemplo 24

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 23, esta vez utilizando una pulpa kraft de madera blanda blanqueada (pino Botnia RM90) batido hasta CSF de 520 cm³.

Ejemplo 25

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 23, esta vez utilizando una muestra de pulpa termomecánica desintegrada que tiene un CSF de 700 cm³.

Ejemplo 26

- 5 Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 23, esta vez utilizando una muestra de pulpa de Acacia batida a un CSF de 520 cm³.

Ejemplo 27

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 23, esta vez utilizando una muestra de pulpa de madera dura (abedul) batida a un CSF de 520 cm³.

- 10 La capacidad de reforzamiento de fibra de pastas cotrituradas que contienen MFC preparadas de acuerdo con los Ejemplos 23-27 anteriores se determinó utilizando la prueba de estallido del papel de filtro descrita anteriormente. Los resultados se dan en la Tabla 12 a continuación.

- 15 Las muestras producidas anteriormente se caracterizaron adicionalmente en términos de su tamaño de partícula usando el Malvern Mastersizer (Malvern Instruments, Reino Unido). Los resultados se registran en términos de los tamaños promedio (d₅₀) de las fracciones del GCC y de la pulpa. También se registró la tendencia del tamaño de partícula de la fracción de fibra. Estos datos también se listan en la Tabla 12.

Estos resultados muestran que todos los tipos de pulpa producen incrementos en la resistencia cuando se someten a cotrituración con GCC.

Tabla 12. Evaluación de los productos usando la prueba de papel de filtro

Ejemplo	Pulpa	% en peso de fibra en el mineral por calcinación	d ₅₀ de GCC μm	d ₅₀ de Fibra μm	Tendencia de la fibra (d ₃₀ /d ₇₀ x 100)	% de FPBI
Control	Solamente agua	-	-	-	-	10.3
23a	Eucalipto 2500 kWh/t	4.6	1.55	54.0	37.8	23.0
23b	Eucalipto 5000 kWh/t	4.7	1.3	21.5	40.0	22.2
24a	TMP 2500 kWh/t	5.4	1.55	44.0	32.8	17.0
24b	TMP 5000 kWh/t	6.0	1.4	18.5	38.1	26.4
25a	Pino 2500 kWh/t	5.0	1.6	75.0	33.2	20.0
25b	Pino 5000 kWh/t	5.3	1.4	29.0	37.3	21.3
26a	Acacia 2500 kWh/t	5.3	1.5	54.5	39.3	16.0
26b	Acacia 5000 kWh/t	6.3	1.3	23.0	40.1	21.8
27a	Abedul 2500 kWh/t	5.0	1.55	56.5	36.0	21.0
27b	Abedul 5000 kWh/t	4.6	1.15	17.0	37.8	25.5

20

Ejemplo 28

Se empaparon 400 g de pulpa kraft de madera blanda blanqueada sin refinar (pino Botnia RM90) en 20 litros de agua durante 6 horas, y luego se convierten en lodo en un mezclador mecánico. La masa así obtenida se vertió entonces en una batidora de laboratorio Valley y se refinó bajo carga durante 28 minutos para obtener una muestra de pulpa refinada batida hasta un Canadian Standard Freeness (CSF) de 525 cm³.

25

La pulpa fue entonces desaguada usando un probador de consistencia (Testing Machines Inc.) para obtener una almohadilla de pulpa húmeda en 19.1% en peso de sólidos. Esto fue entonces utilizado en experimentos de trituración como se detalla a continuación:

Ejemplo 29

5 Se pesaron 584 g de una suspensión de mármol triturado que tiene un tamaño de partícula (medido por Sedigraph) de 60% <2 µm e.s.d. en un recipiente de trituración. El peso seco fue de 231 g. Se agregó pulpa húmeda de la etapa de desaguado descrita anteriormente (Ejemplo 28) para dar 11.6 g (peso seco) de pulpa. La pulpa se mezcló exhaustivamente con la pasta mineral y luego se agregaron 1485 g de medios de Carbolite 16/20 y el agua requerida para dar una concentración media en volumen (MVC) de 50% y un contenido de sólidos de la pasta de 10 35% en peso. La muestra se trituró a 1000 RPM hasta que había sido impartida a las muestras una entrada de energía de 2500 kWh/t y 5000 kWh/t (expresado en fibra seca). El recipiente fue entonces removido del triturador y los medios se separaron usando un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 600 µm. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450 °C y el tamaño de las fracciones del mineral y de la pulpa se midieron utilizando un Malvern Mastersizer (véase la Tabla 13).

15 **Ejemplo 30**

Se pesaron 176 g de una pasta de mármol triturado que tiene un tamaño de partícula (medido por Sedigraph) de 60% <2 µm e.s.d en un recipiente de trituración. El peso seco fue de 65 g. Se agregó pulpa húmeda de la etapa de desaguado descrita anteriormente para dar 8.5 g (peso seco) de pulpa. La pulpa se mezcló exhaustivamente con la pasta mineral y luego se agregaron 1485 g de medios de Carbolite 16/20 y el agua requerida para dar una 20 concentración media en volumen (MVC) de 50% y un contenido de sólidos de la pasta de 12.5% en peso. Las muestras se trituraron a 1000 RPM hasta que había sido impartida a las muestras una entrada de energía de 3750 y 5000 kWh/t (expresado en fibra seca). El recipiente fue entonces removido del triturador y los medios se separaron usando un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 600 µm. El contenido de fibra del producto se analizó por 25 calcinación a 450 °C y el tamaño de las fracciones del mineral y de la pulpa se midieron utilizando un Malvern Mastersizer (véase la Tabla 13).

Tabla 13.

Agente de relleno	Tamaño modal de partícula de GCC, µm	d ₅₀ de fibra, µm	% en peso de fibra en el producto
Control 60-2 µm GCC	2.72	-	0
Ej. 29 2500 kW	2.1	66.5	4.5
Ej. 29 5000 kW	1.73	26	4.7
Ej. 30 3750 kW	1.61	65	11.7
Ej. 30 5000 kW	1.41	42	11.7

Ejemplo 31

- evaluación de la hoja de prueba

30 Las muestras hechas en los Ejemplos 29 y 30 se compararon en un estudio de hoja de prueba. El relleno de control fue el mismo 60% <2 µm de mármol triturado utilizado en los experimentos de trituración. La pulpa receptora para estos rellenos se preparó a partir del mismo lote Botnia RM90 batido a un CSF de 520 cm³. El auxiliar de retención era Percol 292 (Ciba) agregado al 0.06% en peso en el total de sólidos en el acabado. Las hojas de prueba se prepararon a 80 gm² y se probaron para resistencia al estallido y a la tensión, volumen, porosidad Bendtsen, 35 reflectancia a 457 nm (brillantez ISO), y opacidad. Se obtuvieron tres cargas y los resultados (Tabla 14) interpolados a un nivel de carga de 30% en peso.

Tabla 14. Resultados de la hoja de prueba

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g ⁻¹	índice de tensión Nm g ⁻¹	Porosidad Bendsten cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	57.6	59.8	757	1.57	86.8	74.1
Control 60-2 µm GCC	13.0	18.5	1800	1.53	91.6	88.0
Ej. 29 2500 kW	18.0	23.5	500	1.45	91.5	89.1
Ej. 29 5000 kW	17.0	21.5	650	1.42	91.4	89.1
Ej. 30 3750 kW	24.0	27.5	130	1.40	91.4	90.2
Ej. 30 5000 kW	25.0	27.5	130	1.38	91.3	90.2

5 Los resultados anteriores muestran que los agentes de relleno cotriturados dan resistencia incrementada, porosidad reducida y opacidad incrementada sin detrimento de la brillantez, todas las propiedades deseables. Usando agentes de relleno del Ejemplo 30 que contiene 11.7% de fibra cotriturada, el incremento en la tensión es suficiente para permitir la carga de relleno que se incrementó de 25% en peso usando relleno GCC estándar a 40% en peso sin pérdida de resistencia al estallido.

Ejemplo 32

10 Se pesaron 321 g de una pasta de 72% en peso de caolín de relleno (WP, Imerys) en un recipiente de trituración. Luego se mezclaron 105.9 g de pulpa húmeda de pino sin blanquear de pino kraft norteamericano a 10.9% en peso de sólidos en conjunto con un adicional de 266 cm³ de agua. Se agregaron 1485 g de medios de Carbolite 16/20 y la mezcla se trituró a 1000 rpm utilizando una entrada de trabajo de 250 kWh/t expresado en mineral seco + pulpa. El contenido de fibra del producto seco después de la separación en un tamiz de 700 µm fue de 3.9% en peso sobre el mineral medido por ignición a 950 °C. El tamaño medio de partícula (d₅₀) de la fibra se estimó en 83 µm utilizando un Malvern Mastersizer.

Ejemplo 33

20 Se pesaron 206 g de una pasta de 72% en peso de relleno de caolín (WP, Imerys) en un recipiente de trituración. Luego se mezclaron 1087 g de pulpa húmeda de pino kraft norteamericano a 10.9% en peso de sólidos en conjunto con un adicional de 326 cm³ de agua. Se agregaron 1485 g de medios de Carbolite 16/20 y la mezcla se trituró a 1000 rpm utilizando una entrada de trabajo de 400 kWh/t expresado en mineral + pulpa. El contenido de fibra del producto seco después de la separación en un tamiz de 700 µm fue de 6.2% en peso. El tamaño medio de partícula (d₅₀) de la fibra se estimó en 95 µm utilizando un Malvern Mastersizer.

25 La pulpa receptora para este estudio fue el mismo lote de pulpa sin blanquear de pino kraft de Norte América usado en los Ejemplos 32 y 33. Este se usó como se recibió del fabricante, diluyendo con agua según se requiriera. El auxiliar de retención fue Percol 292 (Ciba) agregado al 0.14% en peso sobre el total de sólidos en el acabado.

Las hojas de prueba se hicieron a un peso objetivo de 160 gm⁻² con una carga de relleno objetivo del 5% en peso. Las láminas se presionaron dos veces, y se secaron usando un secador de tambor calentado, y se acondicionarán durante 12 horas a 50% de HR y 23 C°. Se utilizó como control una muestra de la pasta de caolín WP.

30 Las láminas se probaron para la resistencia a la tracción, y el contenido de arcilla por calcinación. Los resultados se exponen en la Tabla 15 a continuación:

Tabla 15. Resultados del cartón de revestimiento

Agente de relleno	% en peso de la carga	Índice de tensión (Nm g ⁻¹)
Sin relleno	0	33.0
WP control	4.4	23.1
Ej. 32	3.9	31.1
Ej. 33	3.7	29.4

5 Los resultados anteriores muestran que el relleno de caolín cotriturado tiene un efecto de debilitamiento considerablemente menor que el caolín no modificado en el acabado de cartón de revestimiento con base en pulpa kraft sin blanquear.

Ejemplo 34

10 Se empaparon 400 g de pulpa kraft de madera blanda blanqueada sin refinar en 20 litros de agua durante 6 horas, luego se convirtieron en lodo en un mezclador mecánico. La masa así obtenida se vertió entonces en una batidora de laboratorio Valley y se refinó bajo carga durante 28 minutos para obtener una muestra de pulpas refinadas batidas a un Canadian Standard Freeness (CSF) de 525 cm³.

La pulpa fue entonces desaguada, usando un probador de consistencia (Testing Machines Inc.) para obtener una almohadilla de pulpa húmeda entre 13 y 18% en peso de sólidos. Esta fue entonces utilizada en experimentos de cotrituración como se detalla a continuación:

Ejemplo 35

15 Se hicieron 750 g de caolín seco English (IntraMax 60) en una pasta mezclando 540 cm³ de agua y 1.9 g de una solución al 40% de dispersante de poliacrilato (Accumer 9300, Rohm & Haas). El pH se ajustó a 7 usando NaOH, y los sólidos finales fueron 57.2% en peso. La pasta fue transferida entonces a un recipiente de trituración y 37.5 g en seco de la pulpa húmeda preparada anteriormente (Ejemplo 34) mezclada con ella. El pH se ajustó a 9 con NaOH y adiciando 1500 g de medios de trituración Carbolite 16/20. La mezcla se trituró conjuntamente durante 60 minutos con adición de agua según se requiriera para mantener la fluidez. Después de 60 minutos, la temperatura alcanzó los 55 °C. El producto triturado fue entonces separado de los medios utilizando el tamiz de 700 µm de abertura. La entrada de energía se midió a 147 kWh/t, sólidos finales fueron 45.8% en peso, el pH 9.2, y el producto seco tenía un contenido de fibra de 4.95% en peso expresado en el producto total. El tamaño modal de partícula del componente de fibra se midió utilizando un Malvern Mastersizer a 44 µm (e.s.d.).

25 Ejemplo 36

30 Se pesaron 750 g en seco de IntraMax 60 en un recipiente de trituración como una pasta al 57% en peso tal como se preparó anteriormente (Ejemplo 34). Se agregaron 37.5 g en seco de la pulpa húmeda y el pH fue entonces ajustado a 4.0 usando ortofosfórico al 10%. Se agregaron entonces 1.500 g de medios de Carbolite 16/20 y el la mezcla se trituró durante 60 minutos, tiempo después del cual la temperatura había alcanzado 54 °C. La entrada de trabajo fue de 140 kWh/t. La pasta fue separada tal como antes y los sólidos finales fueron del 42% en peso. El pH fue de 5.3. El contenido de fibra del producto se midió a 4.0% en peso. Sorprendentemente, el tamaño modal de partícula del componente de fibra se midió utilizando un Malvern Mastersizer a 0.50 µm (e.s.d.), casi un orden de magnitud más fino que a pH 9. Esta observación inesperada sugiere que la trituración bajo condiciones ácidas es mucho más efectiva que bajo condiciones alcalinas.

35 Ejemplo 37

40 Se colocaron 750 g de harina de mármol seca en un recipiente de trituración con agua 400 cm³ de agua y se trituraron durante 57 minutos con una entrada de trabajo de 120 kWh/t. El producto demostró tener 58% en peso de partículas < 2 µm e.s.d., por Sedigraph. Se mezclaron entonces 37.5 g en seco de pulpa húmeda (como se preparó en el Ejemplo 34) y el triturado se continuó durante 2 horas adicionales con la adición de 800 cm³ adicionales de agua y el gasto de 313 kWh/t adicionales. La temperatura final fue de 74 °C, 37.4% en peso de sólidos, y el contenido de fibra del producto seco después de la separación en un tamiz de 700 µm fue 4.4% en peso. El tamaño modal de partícula de la fibra se estimó en 50 µm utilizando un Malvern Mastersizer.

Ejemplo 38

5 Se mezclaron 750 g en seco de HB Óptico (PCC escalenoédrico) como una pasta de sólidos al 34% con 37 g de peso seco de pulpa húmeda (como se prepararon en el Ejemplo 34) y se agregaron 200 cm³ de agua y 1500 g de medios Carbolite 16/20. La mezcla se trituroó durante 1 hora, usando 154 kWh/t. La temperatura final fue de 53 °C y después de la separación de los medios la pasta tenía un contenido de sólidos de 41% en peso y el producto seco tenía un contenido de fibra de 5.3% en peso. El tamaño modal de partícula del componente de la fibra fue de entre 100 y 200 µm por Malvern Mastersizer.

Ejemplo 39

- estudio de papel de periódico

10 Estos agentes de relleno se compararon además en un estudio hoja de prueba. La pulpa receptora para estos rellenos se preparó convirtiendo en lodo una muestra de pulpa termomecánica del norte de Europa. Desde que la pulpa se recibió tenía un CSF de 50 cm³, no se hizo refinación adicional. El auxiliar de retención fue Percol 292 (Ciba) añadido al 0.02% en peso sobre el total de sólidos en el acabado. Las hojas de prueba se prepararon a 50 gm⁻² y se probaron para resistencia al estallido y a la tensión, volumen, porosidad Bendtsen, reflectancia a 457 nm (brillantez ISO), y la opacidad. Se obtuvieron tres cargas y los resultados (véase la Tabla 16) son interpolados a un nivel de carga del 10% en peso.

15 Estos resultados muestran que los agentes de relleno cotriturados, especialmente con IntraMax, dan resistencia incrementada, y porosidad reducida, todas las propiedades deseables, en comparación con los rellenos de control. La brillantez y la opacidad se reducen sólo ligeramente. Con IntraMax, el incremento en la resistencia es suficiente para permitir que se incremente la carga de relleno de 0% en peso a al menos 8% en peso con relleno cotriturado sin pérdida de resistencia. El papel de relleno tendría menor porosidad y brillantez y opacidad incrementadas.

Tabla 16. Resultados de hoja de prueba: papel de periódico, 10% en peso de carga de relleno

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g ⁻¹	Índice de tensión Nm g ⁻¹	Porosidad Bendsten cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	26.4	41.6	63	1.95	71.1	81.6
Control IntraMax	20.5	38.0	60	1.87	72.7	85.7
Ej. 35	24.0	41.0	46	1.84	71.8	85.2
Ej. 36	24.5	40.0	46	1.85	71.5	85.4
Control GCC	19.0	32.0	98	1.95	75.3	86.8
Ej. 37	20.0	35.5	88	1.93	74.8	86.5
Control OC HB	19.9	33.3	153	2.00	75.7	87.6
Ej. 38	21.0	35.5	90	1.93	75.8	88.0

Ejemplo 40

25 - estudio del papel de revista supercalandrado

30 Se llevó a cabo un estudio de hoja de prueba utilizando la misma pulpa tal como en el estudio del papel de periódico. Las hojas de tiempo se hicieron a 55 gm⁻², con cargas de relleno cubriendo el rango de 30 a 40% en peso. Debido a las cargas más elevadas, se incrementó la dosis de auxiliar de retención a 0.07% en peso de Percol 292. Las hojas de prueba fueron probadas para resistencia al estallido y a la tensión, volumen, porosidad Bendtsen, reflectancia a 457 nm (brillantez ISO), y opacidad. Se obtuvieron tres cargas y los resultados (véase la Tabla 17) son interpolados a un nivel de carga del 32% en peso.

Tabla 17. Resultados de hoja de prueba: revista SC, 32% en peso de carga de relleno

Agente de relleno	Índice de estallido Nm g ⁻¹	Índice de tensión Nm g ⁻¹	Porosidad Bendsten cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10
Sin relleno	25.6	45.2	59	1.95	70.4	82.3
Control Intramax	11.0	18.4	71	1.66	76.2	91.4
Ej. 35	13.4	22.0	58	1.63	76.1	91.4
Ej. 36	12.2	22.5	57	1.61	75.9	91.4
Control GCC	11.1	17.2	210	1.74	79.8	89.9
Ej. 37	12.0	19.7	150	1.73	79.8	90.0

5 Estos resultados muestran que la resistencia incrementada, la porosidad reducida, y la brillantez y la opacidad similares son obtenidas utilizando agentes de relleno cotriturados. En el caso de IntraMax, la carga podría incrementarse de 30% en peso a al menos 36% en peso sin pérdida de resistencia, con porosidad reducida y brillantez y opacidad incrementadas.

Ejemplo 41

- estudio de hoja de prueba

10 La pulpa receptora para este estudio fue un lote de pulpa de madera blanda kraft blanqueada químicamente que se convirtió en lodo a 2% de consistencia y batida en una batidora Valley para un CSF de 520 cm³. El auxiliar de retención fue Percol 292 (Ciba) añadido al 0.02% en peso sobre el total de sólidos en el acabado.

15 Se hicieron dos conjuntos de láminas usando carbonato de calcio precipitado escalenoédrico (HB óptico, Imerys) a 25 (Conjunto A) y 32% en peso (Conjunto B) de los niveles de carga. Un conjunto adicional de láminas (Conjunto C) se hicieron a una carga de 25% en peso de Óptico HB + 7% en peso de GCC cotriturado del Ejemplo 37, de tal manera que la carga total fue de 32% en peso. Un conjunto de control (Conjunto D) se hizo a una carga del 25% en peso de HB óptico + 7% en peso de un GCC estándar de 60% <2 μm. Un conjunto final (Conjunto E) se hizo utilizando una mezcla 50/50 de HB Óptico y GCC cotriturado del Ejemplo 37 de tal manera que la carga total fue de 31% en peso.

20 Las hojas de prueba se prepararon a 80 gm⁻², se presionaron dos veces, y se secaron usando un secador de tambor calentado, y se acondicionarán durante 12 horas a 50% de HR y 23 °C. Las láminas se probaron para la resistencia a la tensión, volumen, porosidad Bendtsen, reflectancia a 457 nm (brillantez ISO), y opacidad. Los resultados se definen en la Tabla 16 a continuación:

25 Estos resultados muestran que el relleno de GCC cotriturado se puede utilizar para incrementar aún más la carga de relleno de láminas rellenas de PCC con menor pérdida en la resistencia que si solamente se utilizara PCC. En las cargas mayores, se mantienen las propiedades ópticas y la porosidad se reduce sin grave pérdida del volumen.

Tabla 16. Resultados a tope de PCC

Agente de relleno	Índice de tensión Nm g ⁻¹	Porosidad Bendsten cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10 (80 gm ⁻²)
Sin relleno	66.6	213	1.50	84.0	73.8
Conjunto A 25.3% de HB Óptico	29.4	1131	1.63	90.0	89.4

(continuación)

Agente de relleno	Índice de tensión Nm g ⁻¹	Porosidad Bendsten cm ³ min ⁻¹	Volumen cm ³ g ⁻¹	Brillantez F8	% de Opacidad F10 (80 gm ⁻²)
Conjunto B 31.7% de HB Óptico	21.6	1420	1.62	90.8	90.7
Conjunto C 32.5% de OHB + Ej. 37	25.0	992	1.57	90.8	90.8
Conjunto D 31.6% de OHB + GCC de Control	24.0	1123	1.58	90.8	90.6
Conjunto E 30.9% de 50/50 OCB/Ej. 37	26.2	824	1.53	90.5	90.2

Ejemplo 41

- 5 Las muestras se prepararon utilizando un molino de medios con agitación vertical de laboratorio equipado con un recipiente cilíndrico de trituración sin deflectores de diámetro interno - 14,5 cm. El molino estaba equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular de 1.8 cm de diámetro. El eje estaba equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración en X en la parte inferior del eje. Los brazos del impulsor eran de sección transversal circular y 1.8 cm de diámetro y eran de 6.5 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.
- 10 Los medios de trituración (Carbolite, Carbo Ceramics Inc, EE.UU.) eran de 16/20 de tamaño de malla y tenían 2.7 de gravedad específica.
- El carbonato de Calcio triturado (GCC) (Intracarb 60, IMERYS Minerals, Bélgica) tenía un tamaño de partícula de sedígrafo de 60% <2 µm.
- La pulpa era madera blanda kraft blanqueada (pino Botnia RM90) batida a 520 cm³ CSF.
- 15 Las trituraciones en laboratorio se basaron en 1.5 kg de medios de trituración, un 50% de concentración en volumen Media (MVC), el nivel de pulpa de 5% en peso de sólidos totales, entrada de energía 2500 kWh/t de la pulpa y velocidad del impulsor de 1000 rpm. Las trituraciones se realizaron en modo por lotes en un rango de niveles de sólidos.
- 20 Al final de cada trituración la cámara de trituración se retiró del molino y se retiró el contenido. Los medios de trituración fueron entonces separados del producto externo al molino.
- Las condiciones para cada trituración y las propiedades de los productos resultantes se muestran a continuación en la Tabla 17. La viscosidad B100 es la viscosidad medida en un viscosímetro Brookfield (Brookfield Viscometers Ltd, Brookfield Technical Centre, Stadium Way, Harlow, Essex CM19 5GX, Inglaterra) a 100 rpm.

Tabla 17

Muestra	Sólidos de trituración (% en peso)	Viscosidad B100 (mPas)	Contenido de pulpa (% en peso)	d ₅₀ de fibra (µm)	Tamaño modal de partícula de fibra (µm)	Tendencia de la fibra	Prueba de incremento de estallido en el papel de filtro (% de incremento en estallido)
1	35	9600	4.6	87	89	30	20
2	27.5	4500	4.6		96	28	17
3	22.5	1850	4.3	138	259	28	17

(continuación)

Muestra	Sólidos de trituración (% en peso)	Viscosidad B100 (mPas)	Contenido de pulpa (% en peso)	d ₅₀ de fibra (µm)	Tamaño modal de partícula de fibra (µm)	Tendencia de la fibra	Prueba de incremento de estallido en el papel de filtro (% de incremento en estallido)
4	17.5	950	4.1	205	352	31	12
5	12.5	330	3.6	203	409	30	15

Estos datos indican:

- 5 • La muestra producida en los sólidos de trituración más alta tiene: la más alta viscosidad, el más alto contenido de pulpa, el más fino tamaño de MFC y la más alta (mejor) prueba de incremento de estallido del papel de filtro.
- Las muestras producidas en sólidos de trituración más baja tienen menor viscosidad, menor contenido de pulpa, tamaño MFC más grueso y menor prueba de incremento de estallido del papel de filtro.
- Todas las muestras tienen alta viscosidad en comparación con productos típicos de GCC donde las viscosidades B100 de < 200 mPas son típicas

10 **Ejemplo 42**

15 Se hizo un intento para producir un producto cotriturado en un SMD a escala completa equipado con un tamiz estándar de 250 µm (www.metso.com). Los medios de trituración, GCC y pulpa fueron los mismos tal como en el Ejemplo 41, excepto que la pasta estaba sin refinar. La carga de medios de trituración fue de 5 toneladas. Las condiciones de operación también fueron similares a las utilizadas en el Ejemplo 41; 50% de MVC, nivel de pulpa de 5% en peso de sólidos totales, entrada de energía de 2500 kWh/t de pulpa y una variedad de rpm del impulsor para dar una velocidad de la punta similar a la del molino de laboratorio. Las trituraciones se realizaron en el modo de circuito abierto continuo.

20 Inicialmente, se intentó la trituración a 35% en peso de sólidos totales tal como en el Ejemplo 41. Sin embargo, no fue posible producir ningún producto bajo estas condiciones. El producto de alta viscosidad no fluiría a través del tamiz y fuera del molino. En lugar de ello el material se construye en el molino. Los sólidos de trituración se redujeron a menos del 20% en peso para obtener un flujo aceptable a través del molino y los productos bajo estas condiciones no mostraron las mismas mejoras en el rendimiento en el papel como se ve con las trituraciones de sólidos más altas.

25 Por ejemplo, la Muestra 1 en el Ejemplo 41 fue producida en una trituración por lote de laboratorio (50% de MVC, nivel de pulpa de 5% de sólidos totales, entrada de energía de 2500 kWh/t de pulpa y velocidad del impulsor de 1000 rpm) a 35% de sólidos. Las muestras 6 y 7 se produjeron en un SMD a escala completa equipado con un tamiz de 250 µm estándar bajo condiciones similares excepto que los sólidos se redujeron a < 20% con el fin de lograr un flujo a través del molino.

Tabla 18

ID de la muestra	Tamaño modal de la partícula de fibra (µm)	Carga de filtro para índice de estallido de 20 Nm/g
1	89	28
6	194	24
7	264	23.5
Intracarb 60	-	20

30

Estos datos muestran

- Tanto el MFC producido en el laboratorio y a escala completa permitieron incrementar las cargas de relleno en comparación con el control.

5 Sin embargo, el MFC producido en la trituración por lote de laboratorio en 35% de sólidos tenía pico máximo de fibra fina y permitió una mayor carga de relleno de la muestra producida en un SMD donde los sólidos tuvieron que ser rebajados para permitir un flujo a través del molino.

- NB No fue posible operar el SMD bajo la condición de alto contenido en sólidos.

Ejemplo 43

10 Las muestras se prepararon utilizando un molino de medios de agitación vertical a escala piloto equipado con un recipiente de molienda cilíndrico, de diámetro interno - 87 cm. El molino estaba equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular. El eje estaba equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración de X en la parte inferior del eje. Los brazos impulsores eran de sección circular y eran de 30 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.

15 El molino se operó en modo por lotes. El GCC y pulpa eran los mismos tal como en el Ejemplo 41. Las pruebas se realizaron en 50% de MVC, y 39% de sólidos con un nivel de pulpa de 5% de sólidos totales. La rpm del triturador fue de 285. La pulpa estaba sin batir. Se realizaron dos series de pruebas. La primera utilizó medios de trituración 16/20 tal como en el Ejemplo 41 y el segundo medios de 3 mm con la misma densidad. El d_{50} de fibra y el tamaño modal de partícula mineral para ambas pruebas se muestran en la Tabla 19.

Tabla 19

Entrada de energía (kWh/t)	d_{50} de fibra (μm)		Tamaño modal de partícula mineral (μm)	
	16/20	3 mm	16/20	3 mm
3750	73	61	1.61	1.94
5000	42	44	1.42	1.83
7500	15	27	1.01	1.61
10000	8	16	0.80	1.37

20 Estos datos muestran que el comportamiento de la trituración de la fibra fue similar con los medios más gruesos especialmente en las entradas de energía más bajas. Sin embargo, la trituración mineral se redujo significativamente mediante el uso de los medios más gruesos.

Ejemplo 44

25 Estas pruebas se realizaron en el mismo triturador piloto tal como el que se utilizó en el Ejemplo 43. GCC y la pulpa eran los mismos tal como en los Ejemplos 41 y 42

Se preparó una muestra en modo por lote bajo las siguientes condiciones y con pulpa sin batir. 10% de sólidos totales, pulpa como porcentaje del 20% de sólidos totales; MVC 50%; 285 rpm; medios de 3 mm; entrada de energía 3500 kWh/t de pulpa. La muestra resultante (muestra 8) tenía un d_{50} de fibra de 102 μm .

30 En otra prueba se utilizaron las mismas condiciones pero en este caso el triturador se configuró en modo por lotes de recirculación con un tamiz de 250 μm . Las ratas de flujo eran inaceptables debido a la alta viscosidad del producto y ningún producto se obtuvo.

En una prueba adicional se preparó una muestra con el triturador configurado en modo por lotes de recirculación y se utilizó un tamiz de 1 mm y se obtuvo una alta rata de flujo de 60 l/min. La muestra resultante (muestra 9) tuvo un d_{50} de fibra de 107 μm .

35 Las dos muestras se utilizaron en una evaluación de hoja de prueba usando el mismo procedimiento tal como en el Ejemplo 42. Los resultados se resumen en la Tabla 20.

Tabla 20

ID de Muestra	Configuración	d ₅₀ de fibra (µm)	Carga de agente de relleno para 30% de estallido sin relleno
8	Lote	102	54
9	Lote de recirculación	107	50
Intracarb 60	-	-	26

5 Estos datos muestran que el uso de medios gruesos y por lo tanto, tamices gruesos permiten la preparación de un producto cotriturado en una configuración por lotes de recirculación (o continua) comercialmente viable, a pesar de la alta viscosidad del producto.

Ejemplo 45

10 Las pruebas se realizaron en un molino de torre a escala piloto (modelo Hosokawa Alpine ANR 250). Este es un molino de medios de agitación vertical con una cámara de trituración cilíndrica no deflectada y un eje impulsor vertical equipado con una serie de discos de rotor impulsores en toda su longitud. El molino está lleno aproximadamente dos tercios con medios de trituración. En la operación la alimentación entra al molino en la parte inferior y pasa a través de la zona de trituración antes de subir a una zona de reposo, donde los medios de trituración empiezan a sedimentar lejos del producto. El producto sale entonces del molino a través de una rueda clasificadora que sirve para retener cualquier medio de trituración adicional dentro del molino.

15 Un producto cotriturado se preparó en una configuración continua de circuito abierto bajo las siguientes condiciones y con pulpa sin batir. 12.4% en peso de sólidos totales; pulpa como porcentaje del 20% de sólidos totales; 22% de MVC promedio; 500 rpm; medios de 2-2.5 mm de aproximadamente 6 de gravedad específica; energía de entrada de 3200 kWh/t de pulpa. Rata de flujo en el molino de 1.7 l/min.

20 Los intentos iniciales para ejecutarla bajo estas condiciones no fueron exitosos puesto que los medios de trituración fueron arrastrados al producto. (Un intento anterior utilizando medios de 1 mm fracasó de la misma forma debido al arrastre de los medios).

Subsecuentemente se hizo una adición de agua de aproximadamente 1 l/min inmediatamente antes de la rueda clasificadora que reduce los sólidos del producto que sale del molino a 8.1% en peso. Bajo estas condiciones, todos los medios fueron retenidos en el molino.

25 La muestra resultante (muestra 10) tenía un d₅₀ de fibra de 145 µm y un tamaño modal de partícula de fibra de 89 µm y se evaluó en una evaluación de hoja de prueba utilizando el mismo procedimiento tal como en el Ejemplo 42. Los resultados se resumen en la Tabla 21.

Tabla 21

Muestra ID	Configuración	d ₅₀ de fibra (µm)	Tamaño modal de partícula de fibra (µm)	Carga de agente de relleno para 30% de estallido sin relleno
10	Molino de torre con medios densos gruesos y adición de agua antes de clasificador	145	89	49
Intracarb 60	-	-		25

30 Estos datos muestran que el uso de medios densos gruesos y la adición de agua inmediatamente antes de la rueda clasificadora en un molino de torre permite la preparación de cotriturado en una configuración comercialmente viable a pesar de la alta viscosidad del producto.

ES 2 535 645 T3

Conjunto B 31.7% de HB Óptico	21.6	1420	1.62	90.8	90.7
Conjunto C 32.5% de OHB + Ej. 37	25.0	992	1.57	90.8	90.8
Conjunto D 31.6% de OHB + GCC de Control	24.0	1123	1.58	90.8	90.6
Conjunto E 30.9% de 50/50 OCB/Ej. 37	26.2	824	1.53	90.5	90.2

Ejemplo 41

- 5 Las muestras se prepararon utilizando un molino de medios de agitado vertical de laboratorio equipado con un recipiente de trituración cilíndrico no deflectado de diámetro interno – 14.5 cm. El molino estaba equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular de 1.8 cm de diámetro. El eje estaba equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración de X en la parte inferior del eje. Los brazos impulsores eran de sección transversal circular y 1.8 cm de diámetro y era 6.5 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.
- Los medios de trituración (Carbolite, Carbo Ceramics Inc, EE.UU.) eran de tamaño de malla 16/20 y tenían 2.7 de gravedad específica.
- 10 El Carbonato de Calcio Triturado (GCC) (Intracarb 60, IMERYS Minerals, Belgium) tenía un tamaño de partícula de sedígrafo de 60 % < 2 µm.
- La pulpa era madera blanda kraft blanqueada (pino Botnia RM90) batida hasta CSF de 520 cm³.
- 15 Las trituraciones en laboratorio se basaron en 1.5 kg de medios de trituración, 50% de Concentración en Volumen de Medios (MVC), el nivel de pulpa de 5% en peso de sólidos totales, entrada de energía de 2500 kWh/t de pulpa y velocidad del impulsor de 1000 rpm. Las trituraciones se realizaron en modo por lotes en un rango de niveles de sólidos.
- Al final de cada trituración, se retiró la cámara de trituración del molino y se retiró el contenido. Los medios de trituración se separaron entonces del producto externo al molino.
- 20 Las condiciones para cada trituración y las propiedades de los productos resultantes se muestran a continuación en la Tabla 17. La viscosidad B100 es la viscosidad medida en un viscosímetro Brookfield a 100 rpm (Brookfield Viscometers Ltd, Brookfield Technical Centre, Stadium Way, Harlow, Essex CM19 5GX, Inglaterra)

Tabla 17

Muestra	Sólidos de trituración (% en peso)	Viscosidad B100 (mPas)	Contenido de pulpa (% en peso)	d ₅₀ de Fibra (µm)	Tamaño modal de partícula de fibra (µm)	Tendencia de la fibra	Prueba de incremento de estallido del papel de filtro (% de incremento en estallido)
1	35	9600	4.6	87	89	30	20
2	27.5	4500	4.6		96	28	17
3	22.5	1850	4.3	138	259	28	17
4	17.5	950	4.1	205	352	31	12
5	12.5	330	3.6	203	409	30	15

Estos datos indican:

- 25 • La muestra producida en los sólidos de trituración más alta tiene: la más alta viscosidad, el más alto contenido de pulpa, el tamaño de MFC más fino y la más alta (mejor) prueba de incremento de estallido del papel de filtro.

- Las muestras producidas en sólidos de trituración más baja tienen menor viscosidad, menor contenido de pulpa, tamaño MFC más grueso y pruebas inferiores de incremento de estallido del papel de filtro.
- Todas las muestras tienen alta viscosidad en comparación con productos típicos de GCC donde son típicas las viscosidades B100 de < 200 mPas.

5 **Ejemplo 42**

Se hizo un intento para producir un producto cotriturado en un SMD a escala completa equipado con un tamiz estándar de 250 μm (www.metso.com). Los medios de trituración, GCC y pulpa fueron los mismos tal como en el Ejemplo 41, excepto que la pasta estaba sin refinar. La carga de medios de trituración fue de 5 toneladas. Las condiciones de operación también fueron similares a las utilizadas en el Ejemplo 41; 50% de MVC, nivel de pulpa de 5% en peso de sólidos totales, entrada de energía de 2500 kWh/t de pulpa y una variedad de rpm del impulsor para dar una velocidad de la punta similar a la del molino de laboratorio. Las trituraciones se realizaron en el modo de circuito abierto continuo.

Inicialmente, se intentó la trituración a 35% en peso de sólidos totales tal como en el Ejemplo 41. Sin embargo, no fue posible producir ningún producto bajo estas condiciones. El producto de alta viscosidad no fluiría a través del tamiz y fuera del molino. En lugar de ello el material se construye en el molino. Los sólidos de trituración se redujeron a menos del 20% en peso para obtener un flujo aceptable a través del molino y los productos bajo estas condiciones no mostraron las mismas mejoras en el rendimiento en el papel como se ve con las trituraciones de sólidos más altas.

Por ejemplo, la Muestra 1 en el Ejemplo 41 fue producida en una trituración por lote de laboratorio (50% de MVC, nivel de pulpa de 5% de sólidos totales, entrada de energía de 2500 kWh/t de pulpa y velocidad del impulsor de 1000 rpm) a 35% de sólidos. Las muestras 6 y 7 se produjeron en un SMD a escala completa equipado con un tamiz de 250 μm estándar bajo condiciones similares excepto que los sólidos se redujeron a < 20% con el fin de lograr un flujo a través del molino.

Tabla

ID de Muestra	Tamaño modal de partícula (μm)	Agente de relleno para índice de estallido de 20 Nm/g
1	89	28
6	194	24
7	264	23.5
Intracarb 60	-	20

Estos datos muestran

- Tanto el MFC producido en el laboratorio y a escala completa permitieron incrementar las cargas de relleno en comparación con el control.
- Sin embargo, el MFC producido en la trituración por lote de laboratorio en 35% de sólidos tenía pico máximo de fibra fina y permitió una mayor carga de relleno de la muestra producida en un SMD donde los sólidos tuvieron que ser rebajados para permitir un flujo a través del molino.
- NB No fue posible operar el SMD bajo la condición de alto contenido en sólidos.

Ejemplo 43

Las muestras se prepararon utilizando un molino de medios de agitación vertical a escala piloto equipado con un recipiente de trituración cilíndrico, de diámetro interno - 87 cm. El molino estaba equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular. El eje estaba equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración de X en la parte inferior del eje. Los brazos impulsores eran de sección circular y eran de 30 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.

El molino se operó en modo por lotes. El GCC y pulpa eran los mismos tal como en el Ejemplo 41. Las pruebas se realizaron en 50% de MVC, y 39% de sólidos con un nivel de pulpa de 5% de sólidos totales. Las rpm del triturador fueron de 285. La pulpa estaba sin batir. Se realizaron dos series de pruebas. La primera utilizó medios de trituración

ES 2 535 645 T3

16/20 tal como en el Ejemplo 41 y el segundo medios de 3 mm con la misma densidad. El d_{50} de fibra y el tamaño modal de partícula mineral para ambas pruebas se muestran en la Tabla X.

Tabla

Entrada de energía (kwh/t)	d_{50} de fibra (μm)		Tamaño modal de partícula mineral (μm)	
	16/20	3 mm	16/20	3 mm
3750	73	61	1.61	1.94
5000	42	44	1.42	1.83
7500	15	27	1.01	1.61
10000	8	16	0.80	1.37

- 5 Estos datos muestran que el comportamiento de la trituración de la fibra fue similar con los medios más gruesos especialmente en las entradas de energía más bajas. Sin embargo, la trituración mineral se redujo significativamente mediante el uso de los medios más gruesos.

Ejemplo 44

- 10 Estas pruebas se realizaron en el mismo triturador piloto tal como el que se utilizó en el Ejemplo 43. GCC y la pulpa eran los mismos tal como en los Ejemplos 41 y 42

Se preparó una muestra en modo por lote bajo las siguientes condiciones y con pulpa sin batir. 10% de sólidos totales, pulpa como porcentaje del 20% de sólidos totales; MVC 50%; 285 rpm; medios de 3 mm; entrada de energía 3500 kWh/t de pulpa. La muestra resultante (muestra 8) tenía un d_{50} de fibra de 102 μm .

- 15 En otra prueba se utilizaron las mismas condiciones pero en este caso el triturador se configuró en modo por lotes de recirculación con un tamiz de 250 μm . Las ratas de flujo eran inaceptables debido a la alta viscosidad del producto y ningún producto se obtuvo.

En una prueba adicional se preparó una muestra con el triturador configurado en modo por lotes de recirculación y se utilizó un tamiz de 1 mm y se obtuvo una alta rata de flujo de 60 l/min. La muestra resultante (muestra 9) tuvo un d_{50} de fibra de 107 μm .

- 20 Las dos muestras se utilizaron en una evaluación de hoja de prueba usando el mismo procedimiento tal como en el Ejemplo 42. Los resultados se resumen en la Tabla X.

Tabla X

ID de Muestra	Configuración	d_{50} de fibra (μm)	Carga de agente de relleno para 30% estallido sin relleno
8	Lote	102	54
9	Lote de recirculación	107	50
Intracarb 60	-	-	26

- 25 Estos datos muestran que el uso de medios gruesos y por lo tanto, tamices gruesos permiten la preparación de un producto cotriturado en una configuración por lotes de recirculación (o continuo) comercialmente viable, a pesar de la alta viscosidad del producto.

Ejemplo 45

Las pruebas se realizaron en un molino de torre a escala piloto (modelo Hosokawa Alpine ANR 250). Este es un molino de medios de agitación vertical con una cámara de trituración cilíndrica no deflectada y un eje impulsor

5 vertical equipado con una serie de discos de rotor impulsores en toda su longitud. El molino está lleno aproximadamente dos tercios con medios de trituración. En la operación la alimentación entra al molino en la parte inferior y pasa a través de la zona de trituración antes de subir a una zona de reposo, donde los medios de trituración empiezan a sedimentar lejos del producto. El producto sale entonces del molino a través de una rueda clasificadora que sirve para retener cualquier medio de trituración adicional dentro del molino.

Un producto cotriturado se preparó en una configuración continua de circuito abierto bajo las siguientes condiciones y con pulpa sin batir. 12.4% en peso de sólidos totales; pulpa como porcentaje del 20% de sólidos totales; 22% de MVC promedio; 500 rpm; medios de 2-2.5 mm de aproximadamente 6 de gravedad específica; energía de entrada de 3200 kWh/t de pulpa. Rata de flujo en el molino de 1.7 l/min.

10 Los intentos iniciales para ejecutarla bajo estas condiciones no fueron exitosos puesto que los medios de trituración fueron arrastrados al producto. (Un intento anterior utilizando medios de 1 mm fracasó de la misma forma debido al arrastre de los medios).

15 Subsecuentemente se hizo una adición de agua de aproximadamente 1 l/min inmediatamente antes de la rueda clasificadora que reduce los sólidos del producto que sale del molino a 8.1% en peso. Bajo estas condiciones, todos los medios fueron retenidos en el molino.

La muestra resultante (muestra 10) tenía un d_{50} de fibra de 145 μm y un tamaño modal de partícula de fibra de 89 μm y se evaluó en una evaluación de hoja de prueba utilizando el mismo procedimiento tal como en el Ejemplo 42. Los resultados se resumen en la Tabla X.

Tabla X

ID de Muestra	Configuración	d_{50} de fibra (μm)	Tamaño modal de partícula de fibra (μm)	Carga de agente de relleno para 30% de estallido sin relleno
10	Molino de torre con medios densos gruesos y adición de agua antes de clasificador	145	89	49
Intracarb 60	-	-	-	25

20 Estos datos muestran que el uso de medios densos gruesos y la adición de agua inmediatamente antes de la rueda clasificadora en un molino de torre permite la preparación de cotriturado en una configuración comercialmente viable a pesar de la alta viscosidad del producto.

Ejemplo 46

25 Las muestras son preparadas utilizando un molino de medios de agitado vertical de laboratorio equipado con un recipiente de trituración cilíndrico no deflectado de diámetro interno – 14.5 cm. El molino está equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular de 1.8 cm de diámetro. El eje está equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración de X en la parte inferior del eje. Los brazos impulsores son de sección transversal circular y 1.8 cm de diámetro y son de 6.5 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.

30 Los medios de trituración (Carbolite, Carbo Ceramics Inc, EE.UU.) son de tamaño de malla 16/20 que tiene una gravedad específica de 2.7.

La pulpa es madera blanda kraft blanqueada (pino Botnia RM90) batida hasta CSF de 520 cm^3 .

35 Las trituraciones en laboratorio se basaron en 1.5 kg de medios de trituración, 50% de Concentración en Volumen de Medios (MVC), que puede ser variado, los niveles de pulpa cubren el rango de consistencia hasta 10% en peso, entradas de energía de hasta 20 000 kWh/t de pulpa son investigadas utilizando una velocidad de impulsión de 1000 rpm. Las trituraciones se llevan a cabo en modo de lotes en un rango de niveles de sólidos.

Al final de cada trituración, la cámara de trituración podría ser removida del molino y los contenidos removidos. Los medios de trituración son separados del producto externo al molino.

5 Los productos MFC son caracterizados por tamaño de partícula usando un dispositivo de dispersión de luz Malvern, para la viscosidad B100 usando un viscosímetro Brookfield (Brookfield Viscosímetros Ltd, Brookfield Technical Centre, Stadium Way, Harlow, Essex CM19 5GX, Inglaterra) a 100 rpm y el rendimiento de papel evaluado usando la prueba de incremento de estallido del papel de filtro y el método de hoja de prueba del Ejemplo 7, excepto que no se utiliza ningún filtro, o bien el relleno es Intracarb 60 (Imerys, Bélgica).

La expectativa es que el MFC producido da pruebas de estallido de papel de filtro incrementados y de hojas de prueba más fuertes. Se prevé que una mayor consistencia y un procesamiento de mayor energía favorecen un MFC más fino y que puede haber un tamaño óptimo de MFC para el comportamiento de la resistencia del papel. El comportamiento óptimo, probablemente, será obtenido lo más eficientemente por procesamiento a alta consistencia.

10 **Ejemplo 47**

15 Las muestras son preparados utilizando un molino de medios de agitación vertical a escala piloto equipado con un recipiente de trituración cilíndrico, de diámetro interno de 87 cm. El molino está equipado con un impulsor vertical que tiene un eje de sección transversal circular. El eje está equipado con 4 brazos impulsores dispuestos en una configuración de X en la parte inferior del eje. Los brazos impulsores son de sección circular y son de 30 cm de largo desde la línea central del eje hasta la punta.

El triturador es operado en el modo por lotes. La pulpa es la misma tal como en el Ejemplo 46. Las pruebas son realizadas bajo condiciones optimizadas del Ejemplo 46. Las rpm del triturador son de aproximadamente 285. La pulpa es no batida. Se realizaron dos series de pruebas. La primera utilizando medios de trituración de 16/20 tal como en el Ejemplo 46 y la segunda medios de 3 mm con la misma densidad.

20 El MFC producido es caracterizado y evaluado utilizando el método del Ejemplo 46.

Se prevé que ambos medios de trituración darían MFC de psd similar y que estas muestras de MFC permitirán la producción de hojas de prueba con resistencia incrementada

Ejemplo 48

25 Las pruebas se realizan en el mismo triturador piloto tal como se utilizó en el Ejemplo 42. La pulpa es la misma tal como en el Ejemplo 45. Los medios de trituración son de 3 mm.

Una muestra de MFC es preparada en modo por lotes bajo las condiciones optimizadas del Ejemplo 45. Serán determinadas las propiedades de MFC de psd de la muestra resultante.

30 En otra prueba se utilizarían las mismas condiciones pero en este caso el triturador podría ser configurado en el modo por lotes de recirculación con un tamiz de 250 μ m. Las tasas de flujo probablemente serían inaceptables debido a la alta viscosidad del producto y no se obtendría ningún producto.

En una prueba adicional se prepara una muestra con el triturador configurado en modo por lotes de recirculación y se utiliza un tamiz de 1 mm y se espera una alta tasa de flujo.

El MFC producido es caracterizado y evaluado utilizando el método del Ejemplo 45.

35 Se espera que los datos mostrarán que el uso de medios gruesos y por lo tanto, tamices gruesos permiten la preparación de MFC de psd fino a alta consistencia y baja energía en una configuración por lotes de recirculación comercialmente viables, (o continua), a pesar de la alta viscosidad del producto.

Ejemplo 49

40 Las pruebas son realizadas en un molino de torre a escala piloto (modelo Hosokawa Alpine ANR 250). Este es un molino de medios de agitación vertical con una cámara de trituración cilíndrica no deflectada y un eje impulsor vertical equipado con una serie de discos de rotor impulsores en toda su longitud. El molino está lleno aproximadamente dos tercios con medios de trituración. En la operación, la alimentación entra al molino en la parte inferior y pasa a través de la zona de trituración antes de subir a una zona de reposo, donde los medios de trituración empiezan a sedimentar lejos del producto. El producto sale entonces del molino a través de una rueda clasificadora que sirve para retener cualquier medio de trituración adicional dentro del molino.

45 Una muestra de MFC se prepara en una configuración continua de circuito abierto bajo las condiciones optimizadas del Ejemplo 46 y con pulpa sin batir. Se utilizan medios de trituración de 2-2.5 mm de gravedad específica de aproximadamente 6. Se utilizan entradas de energía en el rango de 2000-15000 kWh/t de pulpa.

Se espera que los intentos iniciales para ejecución bajo estas condiciones sean exitosos debido a los medios de trituración que son arrastrados en el producto debido a la alta viscosidad del MFC.

Subsecuentemente se hace una adición de agua inmediatamente antes de que la rueda clasificadora reduzca los sólidos del producto que salen del molino a un nivel donde los medios no son arrastrados. Bajo estas condiciones, todos los medios son retenidos en el molino.

El MFC producido es caracterizado y evaluado usando el método del Ejemplo 46.

- 5 La muestra resultante tendrá una psd de fibra fina. Las evaluaciones en hoja de prueba indicarán que el MFC producido dio incrementos en la resistencia al estallido de las láminas

Estos datos indican que el uso de medios densos gruesos y adición de agua inmediatamente antes de que la rueda clasificadora en un molino de torre permita la preparación de MFC en una configuración comercialmente viable a pesar de la alta viscosidad del producto.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, comprendiendo el método una etapa de trituración de un sustrato fibroso que comprende celulosa en un ambiente acuoso en presencia de un material inorgánico en partículas y un medio de trituración para obtener celulosa microfibrilada que tiene una tendencia de la fibra de 20 a 50, en donde el término "medio de trituración" significa un medio diferente al material inorgánico en partículas.
- 10 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el material inorgánico en partículas es un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tales como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla de candita hidratada tal como caolín, haloisita o arcilla de bola, una arcilla candita anhidra (calcinada) tales como metacaolín o caolín completamente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomáceas, o combinaciones de los mismos.
- 15 3. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la trituración se realiza en un molino de torre que comprende una zona de reposo por encima de una o más zonas de trituración.
4. Un método de acuerdo con la reivindicación 3, en donde la trituración se realiza bajo condiciones de flujo de tapón.
5. Un método de acuerdo con la reivindicación 3 o 4, en donde se agrega agua próxima a la zona de reposo en la parte superior del molino de torre para reducir la viscosidad de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas.
- 20 6. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, en donde se agrega agua a una o más zonas de trituración a través de uno o más puntos de inyección de agua situados a lo largo de la longitud del molino de torre.
7. Un método de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde la trituración se realiza en un detrítico de medios en agitación.
- 25 8. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 y 7, en donde la trituración se realiza en un triturador de tamizado que comprende un o más tamices que tienen un tamaño de abertura nominal de al menos 250 μm .
9. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el medio de trituración comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el rango de 0.5 mm a 6 mm.
- 30 10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9, en donde el medio de trituración tiene una gravedad específica de al menos 2.5.
11. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el sustrato fibroso que comprende celulosa y el material inorgánico en partículas están presentes en el ambiente acuoso con un contenido de sólidos iniciales de al menos 4% en peso, de los cuales al menos 2% en peso es sustrato fibroso que comprende celulosa, opcionalmente en donde el contenido inicial de sólidos es de al menos 10% en peso, o al menos 20% en peso.
- 35 12. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde, después de la etapa de trituración, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas se seca para remover al menos una porción del agua para formar un producto parcialmente seco, o en donde la suspensión acuosa se seca para remover aproximadamente 100% en volumen de agua para formar un producto esencialmente completamente seco.
- 40 13. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el material inorgánico en partículas tiene una distribución de tamaño de partícula, medido por dispersión de luz láser, de tal forma que al menos 10% en volumen de las partículas tiene un e.s.d. de menos de 2 μm con base en el peso seco del material inorgánico en partículas.
- 45 14. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde la celulosa microfibrilada tiene un d_{50} de 5 μm a 500 μm , medido por dispersión de luz láser.
15. Una suspensión acuosa obtenida por un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, adecuada para usar en un método para hacer papel o recubrir papel.
16. Un producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas obtenido por el método de la reivindicación 12.

17. Una composición de fabricación de papel que comprende la suspensión acuosa de la reivindicación 15, que comprende además opcionalmente un agente de encolado o almidón.
18. Un producto de papel preparado a partir de la composición de fabricación de papel de la reivindicación 17.
19. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la trituración se realiza en un molino de torre.
- 5 20. El producto de papel de la reivindicación 18, que comprende adicionalmente una composición de recubrimiento que incluye la suspensión acuosa de la reivindicación 15 y un aglomerante.
21. Un proceso para hacer un producto de papel, que comprende:
- (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en la forma de una pulpa adecuada para hacer un producto de papel;
- 10 (ii) preparar una composición de fabricación de papel de la pulpa en la etapa (i), la suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 15, y otros aditivos opcionales; y
- (iii) formar un producto de papel a partir de dicha composición de fabricación de papel.
22. Un producto de papel que comprende:
- un cartón; y
- 15 un recubrimiento aplicado a al menos una superficie del cartón, en donde el recubrimiento comprende la suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 15.
23. El producto de papel de la reivindicación 22, en donde el recubrimiento comprende adicionalmente almidones, un aglomerante o un espesante.
24. Un proceso para hacer un cartón recubierto, que comprende:
- 20 proveer un cartón; y
- aplicar a al menos una superficie del cartón un recubrimiento que comprende la suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 15.
25. El proceso de la reivindicación 24, en donde la etapa de aplicación se realiza usando una prensa de encolado.

Figura 1

