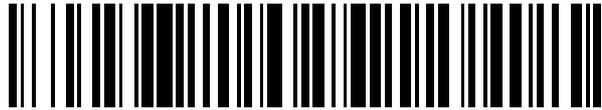


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 596 216**

51 Int. Cl.:

**D21C 9/00** (2006.01)  
**B01D 61/56** (2006.01)  
**D21C 9/18** (2006.01)  
**D21H 11/18** (2006.01)  
**D21C 9/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.05.2012 PCT/IB2012/052353**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.11.2012 WO12156882**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.05.2012 E 12785526 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.07.2016 EP 2707541**

54 Título: **Proceso para tratamiento de celulosa y celulosa tratada según el proceso**

30 Prioridad:

**13.05.2011 SE 1150436**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**05.01.2017**

73 Titular/es:

**STORA ENSO OYJ (100.0%)  
Kanavaranta 1  
00101 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**HEISKANEN, ISTO;  
BACKFOLK, KAJ;  
KOTILAINEN, ARI;  
GAIDELIS, VALENTAS y  
SIDARAVICIUS, JONAS**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 596 216 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**

Proceso para tratamiento de celulosa y celulosa tratada según el proceso

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a un proceso de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, a una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, sometiendo la suspensión a un campo eléctrico.

**Antecedentes**

10 La celulosa microfibrilada (MFC), que se conoce también como nanocelulosa, es un material típicamente fabricado a partir de fibras de celulosa de madera. Puede fabricarse a partir de fuentes microbianas, fibras agrícolas, celulosa disuelta o CMC, etc. En la celulosa microfibrilada, las microfibrillas individuales se han separado parcial o totalmente unas de otras.

15 La celulosa microfibrilada tiene una capacidad de unión a agua muy alta y, por tanto, es muy difícil reducir el contenido de agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada, y por consiguiente, es difícil purificarla. Un alto contenido de agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada también impide el uso de MFC en muchas aplicaciones diferentes, donde se requeriría MFC con alto contenido de sólidos.

20 Hoy en día existen varios métodos diferentes para eliminar el agua de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada. Es por ejemplo posible usar diferentes técnicas de secado. Los ejemplos de diferentes técnicas de secado son: secado por congelación, secado por pulverización y secado super-crítico. Sin embargo, estas técnicas demandan bastante energía y, por tanto, no son eficaces respecto a costes para su uso en procesos a gran escala. Asimismo, a menudo tiende a ocurrir la hornificación o super-hornificación de las fibras de celulosa microfibrilada cuando se retira el agua con diferentes técnicas de secado. La hornificación es cuando se forman enlaces reversibles entre las fibras. Cuando ha ocurrido hornificación, no es posible que las fibras se expandan e hinchen en agua y, por tanto, se pierde la capacidad de unión al agua original de las fibras. La hornificación puede evitarse por adición de productos químicos que evitan físicamente o modifican las fibras de tal manera que la formación de enlaces entre las fibras de celulosa están limitada o se evita. El documento CA1208631A describe un proceso para redispersar celulosa microfibrilada seca por adición de aditivos que evitarán que las fibrillas se unan entre sí, de manera que se evita también la hornificación de las fibras. El documento WO 01/85305 describe un aparato de electrodeshidratación y un método para recuperar sólidos a partir de mezclas sólido-líquido.

30 Además, Luchache et al. en Annals of the University of Craiova, Electric Engineering series, n.º 32, 2008; ISSN 1842-4805 describen la deshidratación de lodo residual de pasta y papel.

35 Pueden usarse tratamientos mecánicos para eliminar el agua de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada. Sin embargo, normalmente no son muy exitosos debido al pequeño tamaño de la fibra y la distribución de tamaño de la celulosa microfibrilada. Además, la filtración de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada es difícil debido a la banda densa formada por la suspensión. Además, los enlaces entre las fibras de celulosa microfibrilada también son bastante fuertes y esto hará que la deshidratación mecánica sea menos eficiente.

40 La ineficacia o limitaciones en el secado, por ejemplo en la deshidratación presurizada, dará otros problemas con la eliminación de iones de constituyentes de celulosa. Puesto que se forma una torta de filtro durante la deshidratación, se obtiene una mayor resistencia a la deshidratación. Al mismo tiempo, es más difícil eliminar, por ejemplo, iones u otras especies disueltas, puesto que estas podrían acumularse en la torta de filtro. Por lo tanto, la torta de filtro deshidratada obtenida a partir de MFC podría contener, de hecho, la cantidad inicial de iones o incluso una cantidad sustancialmente mayor de iones.

45 Cuando se usa un método de secado normal, los iones y los productos químicos residuales permanecerán en las suspensiones de fibra concentrada y finalmente en la muestra secada de MFC o celulosa.

Hay por tanto una necesidad de un proceso mejorado de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, sin provocar hornificación o super-hornificación.

**Compendio de la invención**

50 La presente invención resuelve uno o más de los problemas anteriores, proporcionando según un primer aspecto un proceso de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, en el que el proceso comprende las siguientes etapas:

- proporcionar una suspensión que comprende celulosa y líquido;

- someter la suspensión a un campo eléctrico, que induce a fluir al líquido de la suspensión,
- separar el líquido de la celulosa, obteniendo así una suspensión empobrecida en líquido,
- añadir un líquido de lavado, tal como un disolvente orgánico, a la suspensión empobrecida en líquido,
- someter la suspensión empobrecida en líquido a un campo eléctrico, que induce a fluir al líquido de la suspensión, y
- separar el líquido de lavado de la celulosa, obteniendo así una celulosa purificada.

La presente invención proporciona también, según un segundo aspecto, celulosa, tal como celulosa microfibrilada, purificada según el primer aspecto.

La presente invención proporciona también, según un tercer aspecto, celulosa, tal como celulosa microfibrilada, obtenible por el proceso según el primer aspecto.

La presente invención proporciona también, según un cuarto aspecto, un uso de la celulosa, tal como celulosa microfibrilada, según el segundo o el tercer aspectos, en un aditivo de potenciación, un espesante, un modificador de la viscosidad, un modificador de la reología, un polvo de limpieza, un polvo de lavado, un detergente, una composición de espuma, una barrera, una película, un producto alimenticio, una composición farmacéutica, un producto cosmético, un producto de papel o cartón, un revestimiento, un producto higiénico/absorbente, un agente de emulsión/dispersión, un lodo de perforación, un material compuesto, en purificación de agua, en un filtro, en una célula solar, en una batería, en un circuito electrónico (que puede ser flexible, impreso o revestido) o para potenciar la reactividad de la celulosa en la fabricación de celulosa regenerada o derivados de celulosa.

El objeto de la presente invención es, por tanto, proporcionar un proceso de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando la deshidratación de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, de una manera mejorada.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar celulosa deshidratada, tal como celulosa microfibrilada, con propiedades mejoradas.

Este objeto, así como otros objetos y ventajas, se consiguen mediante el proceso según el primer aspecto, que también se refleja en la reivindicación 1. Se ha mostrado que el uso de un campo eléctrico mejorará notablemente la purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre (carbohidrato), preferiblemente usando deshidratación de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada.

La purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, puede realizarse preferiblemente usando deshidratación usando electroósmosis (o electroforesis capilar). Esta deshidratación puede implicar también adicionalmente la estimulación de otras fuentes externas, tales como campo mecánico, óptico o magnético. Un ejemplo es un tratamiento por ultrasonidos. La purificación puede realizarse por uno cualquiera o una combinación de los siguientes métodos para secar adicionalmente el material:

1) Métodos de secado por evaporación

2) Secado por congelación debido al aumento de sólidos

3) Adición de aditivos de deshornificación, que pueden usarse también en el secado de material deshidratado

4) El material deshidratado puede secarse también parcialmente además para obtener material que se comporta como partículas sólidas y, de esta manera, se usa más fácilmente en aplicaciones comerciales mientras que se mezcla fácilmente y se dispersa con otros componentes (las fibras individuales se mantienen esencialmente) o se usa fácilmente tal cual.

Se prefiere el uso de un campo eléctrico con una tensión de 10-100 V. El aumento de la tensión típicamente aumenta la velocidad de extracción de agua. El valor óptimo es cuando la intensidad de corriente del campo eléctrico generado y el gradiente de tensión están a los niveles máximos permisibles.

Puede aplicarse también presión y/o calor a la suspensión para mejorar adicionalmente la purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, de la suspensión, preferiblemente cuando se usa deshidratación. La presión puede aplicarse después de que se haya aplicado el campo eléctrico y de que haya comenzado la deshidratación de la suspensión. Esto se debe a que puede preferirse aumentar el contenido seco de la suspensión antes de aplicar presión. Otra posibilidad es tener una deshidratación débil en el campo E simultáneamente cuando se aplica presión mecánica. Sin embargo, esto depende, por supuesto, del contenido seco de la suspensión que se va a tratar.

La presión aplicada, preferiblemente, es una presión mecánica, tal como compresión, mediante el uso de, por ejemplo, un rodillo de presión o fieltros.

El contenido seco de la suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, antes de la purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, es preferiblemente de aproximadamente el 1-10 % de peso. Después del tratamiento según el proceso, se prefiere que el contenido seco de la suspensión purificada, tal como empobrecida en sal/ión y/o empobrecida en azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, sea de aproximadamente 5-50 % en peso.

La temperatura de la suspensión durante la purificación, que preferiblemente implica deshidratación, está preferiblemente por encima de 30 °C y preferiblemente por debajo de 100 °C.

La suspensión puede comprender también nanopartículas (tal como absorbentes), sal y/o tensioactivos, que se estimulan por el campo eléctrico y mejoran el flujo de líquido. De esta manera, aumenta la purificación, empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, que preferiblemente implica deshidratación de la suspensión. Además, puede empobrecerse en aromas.

La presente invención se refiere también a celulosa, tal como celulosa microfibrilada, que se purifica, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación según el proceso descrito anteriormente. Se ha mostrado que, por purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, en una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, con la ayuda de un campo eléctrico, ocurrirá una hornificación muy limitada o ninguna, de las fibras celulósicas microfibriladas.

### Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un proceso de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada. Debido a las características de las fibras de celulosa microfibrilada, por ejemplo, su tamaño, y distribución de tamaño y enlaces de fibra, normalmente es muy difícil purificar, tal como empobrecer en sal/ión y/o empobrecer en azúcar libre, una suspensión que comprende celulosa microfibrilada usando deshidratación.

Se pretende mediante la presente descripción que la expresión "celulosa" abarque cualquier tipo de celulosa, tal como fibras de celulosa (material de celulosa). La celulosa puede ser también una celulosa microfibrilada (MFC). La celulosa puede estar blanqueada o no blanqueada. La celulosa puede ser también celulosa cristalina, MFC (celulosa microcristalina; tiene una alta pureza necesaria debido a su uso potencial en composiciones farmacéuticas u otros usos médicos), BCN, NCC (celulosa nanocristalina; puede usarse en aplicaciones eléctricas y tiene propiedades magnéticas), CNC, CMC (celulosa carboximetilada) o fibras de polímero sintético y fibras fabricadas a partir de suspensión en disolución. La celulosa puede estar presente en forma de una pasta, que puede ser pasta química, una pasta mecánica, una pasta termomecánica o una pasta químio(termo)mecánica (CMP o CTMP). Dicha pasta química preferiblemente es una pasta de sulfito o una pasta kraft.

La pasta puede consistir en pasta de madera dura, madera blanda o ambos tipos. La pasta puede contener, por ejemplo, una mezcla de pino y píceo o una mezcla de abedul y píceo. Las pastas químicas que pueden usarse en la presente invención incluyen todo tipo de pastas basadas en madera, tales como blanqueadas, semiblanqueadas y no blanqueadas de pastas de sulfito, kraft y de sosa y mezclas de estas. La pasta puede ser de tipo disuelta. La pasta puede comprender también fibras textiles. La pasta puede proceder de la agricultura (por ejemplo, patata, bambú o zanahoria).

Se pretende mediante la presente descripción que la expresión "azúcar libre" abarque no solo azúcares en formas monoméricas, sino también polímeros más pequeños. Abarca también los carbohidratos libres.

Se ha mostrado que sometiendo una suspensión que comprende celulosa, tal como fibras de celulosa microfibrilada, a un campo eléctrico, la purificación tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, puede mejorarse notablemente. Una teoría de por qué esto funciona así de bien es que el campo eléctrico induce a fluir a los líquidos de la suspensión y, de esta manera, extrae las moléculas de agua de las fibras de celulosa microfibrilada en lugar de empujar las fibras microfibriladas como haría un tratamiento mecánico. La tracción de las moléculas de agua hará posible eliminar también las moléculas de agua absorbidas por las fibras microfibriladas de una manera muy eficiente. Es por tanto muy fácil purificar las fibras de celulosa de la suspensión.

Se ha mostrado que, por purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, una suspensión que comprende celulosa tal como celulosa microfibrilada, sometiendo la suspensión a un campo eléctrico, no ocurrirá una hornificación sustancial de las fibras microfibriladas. Es por tanto posible que la celulosa microfibrilada obtenida según el proceso del primer aspecto se hinche cuando la celulosa microfibrilada entra en contacto de nuevo con agua. Esto es de gran importancia cuando la celulosa microfibrilada se usa, por ejemplo, como un aditivo de reforzamiento, un espesante o un modificador de la viscosidad. Además, la capacidad de unión de la celulosa microfibrilada deshidratada también es muy buena, es decir, no se observa una disminución sustancial en la capacidad de unión.

Cuando se procede al empobrecimiento de sal/ión, este efecto puede ser debido al hecho de que el gradiente de tensión induce una migración de los diferentes iones con el filtrado. Esto conduce a una disminución en la conductividad específica del producto y una disminución en la conductividad de la muestra.

5 Las realizaciones preferidas del primer aspecto de la invención son evidentes a partir de las reivindicaciones dependientes y la materia objeto de las mismas se expone adicionalmente más adelante.

10 La deshidratación se realiza preferiblemente mediante el uso de electroósmosis. EL flujo electroosmótico a menudo se abrevia como EOF, que es sinónimo de electroósmosis o electroendosmosis. FFF es también otro proceso de electroósmosis. La electroósmosis es el movimiento de líquido, tal como agua, inducido por un potencial aplicado de campo eléctrico a través de material poroso, a un tubo capilar, membrana, microcanal o cualquier otro conducto de fluido. La tensión generada por el campo eléctrico preferiblemente es entre 10-100 V.

El líquido que contiene ión/sal y/o azúcares libres de la suspensión se separa de la celulosa, tal como celulosa microfibrilada, eliminando el líquido. Preferiblemente, esto puede realizarse por diferentes técnicas de filtrado.

15 La suspensión comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada y un líquido. El líquido puede ser agua, disolvente y mezclas de diferentes disolventes y/o líquidos. El disolvente puede ser un alcohol, tal como isopropanol, polietilenglicol, glicol o etanol. Puede ser también un ácido o una base. Los disolventes, tales como isopropanol, pueden cambiar la tensión superficial de la suspensión, y esto promoverá la deshidratación. El disolvente puede ser también un disolvente que tiene al menos un grupo cetona, y este puede ser preferiblemente acetona. Es posible también que el líquido sea un líquido iónico. La suspensión puede comprender también nanopartículas, polímeros, pigmentos, sales y/o tensioactivos que están estimulados por el campo eléctrico y mejorarán la migración y movimiento de líquido, es decir, el flujo, en el campo eléctrico y, de esta manera, también la deshidratación.

20 Según una realización preferida adicional de la presente invención, el líquido de lavado es agua y/o un disolvente orgánico. El disolvente orgánico preferiblemente es acetona. En el caso del secado es deseable un seguimiento del proceso según el primer aspecto, como se ha expuesto anteriormente, prefiriéndose agua (lo más preferido agua destilada) como líquido de lavado en el caso de que la celulosa sea MFC, NCC, NFC u otro derivado de celulosa, de una manera más eficiente (los disolventes deberían evitarse) para evitar la hornificación.

25 La suspensión, como se ha expuesto anteriormente, puede comprender también fibras de longitud regular. También es posible que la suspensión comprenda cargas, tales como nanoarcillas, absorbentes de base polimérica, PCC, caolín o carbonato de calcio. Las cantidades de celulosa microfibrilada en la suspensión pueden ser entre 20-90 % en peso, la cantidad de fibras de tamaño regular, tal como fibras kraft, de madera dura y/o de madera blanda, puede ser del 10-80 % en peso. Si están presentes cantidades más grandes de cargas y fibras largas en la suspensión, es posible conseguir una suspensión con un contenido seco muy alto usando el proceso de deshidratación según la invención. Es posible conseguir un contenido seco de hasta el 90 % en peso, puesto que la presencia de fibras largas y/o cargas hará más fácil deshidratar la suspensión.

30 Sin embargo, se prefiere usar una suspensión que comprenda grandes cantidades de celulosa microfibrilada. A menudo se prefiere una suspensión que comprenda celulosa microfibrilada en una cantidad del 80-100 % en peso, u 80-90 % en peso. En muchos casos, se prefiere que la suspensión comprenda el 100 % de celulosa microfibrilada, es decir, sin que estén presentes fibras de tamaño más largo. La cantidad de celulosa microfibrilada depende del uso final de la celulosa microfibrilada.

35 Puede ser ventajoso también someter la suspensión a un aumento de presión en combinación con el campo eléctrico. Se ha mostrado que la combinación de campo eléctrico y presión mejorará notablemente la purificación, preferiblemente usando deshidratación, de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada. Se prefiere aplicar la presión después de la deshidratación con el campo eléctrico en marcha, es decir, cuando el contenido de sólidos de la suspensión haya aumentado, preferiblemente aproximadamente un 4 % en peso. Si el contenido de sólidos de la suspensión es demasiado bajo cuando se aplica la presión, la celulosa microfibrilada se presiona través de las aberturas del dispositivo de deshidratación junto con el agua y no ocurre purificación (tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre) de la celulosa microfibrilada. Cuando aumenta el contenido de sólidos de la suspensión, la viscosidad aumenta también, y es posible aplicar presión a la suspensión y puede aumentarse la deshidratación de la suspensión.

40 La presión preferiblemente es una presión mecánica que se aplica de cualquier manera posible. Es posible usar, por ejemplo, un rodillo de presión, una cinta o fieltros para aplicar la presión mecánica a la suspensión durante la deshidratación. También es posible combinar el tratamiento con el campo eléctrico con otra clase de tratamientos para aumentar la deshidratación. Los ejemplos de otros tratamientos aparte de aumentar la presión son sistemas basados en acústica y vacío.

45 El contenido seco de la suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, antes de la purificación, tal como empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, es de aproximadamente el 1-50 % en peso. Puede ser también del 1-30 % en peso o de aproximadamente 1-10 % en peso.

Después del tratamiento según el proceso del primer aspecto, se prefiere que el contenido seco de la suspensión deshidratada que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, sea de aproximadamente 5-50 % en peso, más preferiblemente aproximadamente del 20 % en peso. Es por tanto posible recibir una suspensión que comprende celulosa microfibrilada con un contenido seco muy alto de una manera muy energéticamente eficiente.

5 Incluso aunque aumente el contenido seco, se mantienen las propiedades de la celulosa microfibrilada después de la dilución del agua, es decir, las propiedades de hinchado con agua y reforzamiento.

La temperatura de la suspensión puede estar por debajo de 30 °C antes de la deshidratación y aumentar durante el proceso de deshidratación, pero manteniéndose a una temperatura por debajo de 100 °C. Sin embargo, son posibles también temperaturas más bajas, por ejemplo temperatura ambiente. La temperatura debería mantenerse preferiblemente por debajo del punto de ebullición. Un aumento de temperatura puede mejorar la deshidratación. Esto se debe a que la viscosidad del agua disminuye.

10

La presente invención se refiere también a celulosa, tal como celulosa microfibrilada, que se purifica según el proceso del primer aspecto anterior. Se ha mostrado que, por purificación, tal como, empobrecimiento de sal/ión y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, en una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, con ayuda de un campo eléctrico, ocurrirá una hornificación muy limitada o inexistente de las fibras celulósicas microfibriladas. Es por tanto posible producir una celulosa microfibrilada con propiedades mejoradas de una manera rápida y muy energéticamente eficiente, en comparación con el uso de, por ejemplo, técnicas de secado.

15

Una fibra de celulosa microfibrilada normalmente es muy fina (~20 nm) y la longitud a menudo es entre 100 nm y 10 µm. Sin embargo, las microfibrillas pueden ser también largas, por ejemplo, entre 10-200 µm, pero pueden encontrarse longitudes de incluso 2000 µm debido a una amplia distribución de longitud. Las fibras que se han fibrilado y que tienen microfibrillas en la superficie y microfibrillas que están separadas y localizadas en una fase acuosa de una suspensión, se incluyen en la definición de MFC. Además, se incluyen también fibras finas en la definición de MFC.

20

La celulosa microfibrilada típicamente se fabrica a partir de fibras de celulosa de madera, siendo posible usar fibras tanto de madera dura como de madera blanda. Puede fabricarse también a partir de fuentes microbianas, fibras agrícolas tales como suspensión de paja de trigo u otras fuentes de fibra que no son madera. Puede producirse también por bacterias o prepararse a partir de CMC.

25

Usar este despliegue de campo eléctrico en el primer aspecto de la invención, además reduce también el número de bacterias, puesto que sus paredes celulares explotarán. El proceso del primer aspecto, según elimina iones, elimina también iones y agua también de los microbios. Esto significa que esta eliminación de iones y eliminación de agua tendrá un efecto de destrucción/antimicrobiano.

30

Según otra realización preferida de la presente invención, el proceso según el primer aspecto de la invención puede seguirse ir seguido de una o más etapas de modificación, tal como un cambio de contraión, como se expone más adelante.

35

Según otra realización preferida de la presente invención la celulosa según el segundo y tercer aspectos puede procesarse adicionalmente usando intercambio de iones como se describe, por ejemplo, en el documento WO2009126106 que describe un método para modificar las fibras de celulosa. Sería posible cambiar la celulosa a diferentes formas de contraión para conseguir por ejemplo fibras de CMC adsorbida/absorbida en las fibras. De esta manera, sería posible, por ejemplo, hacer una modificación del contraión sodio para potenciar la producción de MFC. Sería posible también, por ejemplo, pasar de la forma Ca a la forma Na y viceversa.

40

Según una realización preferida adicional de la presente invención, el cambio de contraión que preferiblemente sigue después de las etapas de proceso del primer aspecto, puede realizarse a través de un proceso que comprende las siguientes etapas:

45 1) lavar los iones de la pasta con electroósmosis (hasta que la conductividad del filtrado es suficientemente baja) - opcionalmente seguido de adición de líquido, preferiblemente agua destilada,

2) lavar la pasta "limpia" con un carbonato de sodio, tal como NaHCO<sub>3</sub> y un agente básico, tal como NaOH (para aumentar el pH a aproximadamente 9) - preferiblemente esto puede realizarse añadiendo NaHCO<sub>3</sub> y NaOH en el líquido de lavado del aparato de electroósmosis

50 3) lavar la pasta con agua destilada en el aparato de electroósmosis para eliminar el exceso de iones Na.

Cambiar los contraiones como se ha expuesto anteriormente podría ser deseable en diversas aplicaciones;

- para hacer a la pasta más homogénea para las reacciones químicas,
- para posibilitar diferentes reacciones químicas,
- para mejorar la reactividad de la pasta,

- para mejorar el secado o
- para mejorar la redispersión de la pasta una vez secada.

5 En aplicaciones de barrera, que pueden ser multicapa, como se ha expuesto anteriormente en el cuarto aspecto de la presente invención, el uso de la celulosa según el segundo y tercer aspectos puede ser especialmente deseable en envasado de un equipo electrónico cuando se fabrican células o baterías solares a partir de celulosa debido a la pureza.

La celulosa purificada según el segundo y tercer aspectos puede estar presente como pastas de bajo contenido de metal. Como tal, pueden ser útiles para papel de baja conductividad (debido a propiedades dieléctricas), tratamientos enzimáticos de pastas o como pasta para modificaciones químicas.

10 La celulosa purificada según el segundo y tercer aspectos en forma de celulosa microfibrilada puede ser especialmente útil en las siguientes aplicaciones/usos:

- barreras debido a propiedades de formación de película mejorada
- polvos de lavado debido a una eliminación de  $\text{Ca}^{2+}$  mejorada (absorción/adsorción) o en otras aplicaciones similares donde el agua dura es un problema.

15 - limpieza de agua de bebida puesto que es posible conseguir una eliminación mejorada de metales pesados de las aguas de bebida (esto es aún un gran problema en algunas áreas del mundo).

- mediante oxidación y diferentes aditivos pueden mejorarse las propiedades de absorción de metales
- absorbentes metálicos que son biodegradables

20 Las características preferidas de cada aspecto de la invención son como para cada uno de los otros aspectos, cambiando lo que haya que cambiar. Los documentos de la técnica anterior mencionados en la presente memoria se incorporan en su extensión completa permitida por la ley. La invención se describe adicionalmente en los siguientes ejemplos junto con las figuras adjuntas, cuyo único fin es ilustrar la invención, y de ninguna manera pretenden limitar al alcance de la invención.

### Figuras

25 La Figura 1 describe el esquema del despliegue de deshidratación (izquierda) y la placa de cátodo con orificios.

La Figura 2 describe las dependencias de corriente y masa del agua recogida con el tiempo a una tensión constante aplicada de 20 V.

La Figura 3 describe la deshidratación de MFC de baja conductividad.

30 La Figura 4 describe las dependencias con el tiempo de la masa de agua recogida durante la deshidratación de MFC de baja conductividad a diferentes tensiones presentada.

### Ejemplos

#### 1. Despliegue experimental

35 Para la investigación de la deshidratación de una dispersión de MFC se montó un despliegue experimental, un esquema el cual se muestra en la Figura 1. Consiste en un tubo de plástico con un diámetro interno de 46 mm instalado en un embudo de acero inoxidable. En el extremo inferior del tubo hay una placa con orificios, también fabricada de acero inoxidable, que sirve como el electrodo inferior, normalmente el cátodo. Se coloca un filtro de papel en la placa, y después la dispersión de MFC se carga en el filtro. Encima de la columna de MFC hay uno o más filtros de papel, después del cual se coloca el electrodo superior (ánodo).

40 Los mejores resultados se consiguieron con un electrodo de platino - no se observaron cambios en el proceso debido a la corrosión o contaminación del electrodo.

El despliegue de la Figura 1 constituía una célula para investigar la MFC; se aplicó tensión CC a la misma desde la fuente de corriente. El agua que emergía del embudo se llevó a un vaso de precipitados, que estaba situado encima de una balanza; la masa del agua extraída de la MFC se registró durante los experimentos. Los experimentos solamente se llevaron a cabo en dos modos: con una tensión  $U$  constante o con una corriente  $i$  constante.

45 En la Figura 2 se describen las dependencias de la corriente y masa del agua recogida con el tiempo, a una tensión constante aplicada de 20 V. Un aumento de presión provoca un aumento tanto en la corriente como un incremento en el agua recogida.

Sorprendentemente, se encontró por tanto que la deshidratación por electroósmosis puede usarse si:

- al comienzo (más o menos) se usa únicamente electroósmosis

- debido a la deshidratación, la viscosidad aumentará lo suficiente como para poder aplicar presión mecánica (como se refleja en la Figura 2)

La Figura 3 describe la deshidratación de MFC de baja conductividad.

- 5 La Figura 4 describe las dependencias con el tiempo de la masa de agua recogida durante la deshidratación de la MFC de baja conductividad a las diferentes tensiones presentadas. El aumento de tensión provoca un aumento de la velocidad de deshidratación (pendiente inicial) y del valor de saturación del proceso.

Ejemplo 2

MFC de referencia (MFC inicial) - contenido seco (IR) 1,7 %

- 10 Contenidos de sal/metal basados en materia seca;

Al 9,5 mg/g

Fe 16 mg/g

Ca 1200 mg/kg

Cu 5,5 mg/kg

- 15 K 310 mg/kg

Mg 210 mg/kg

Mn 1,1 mg/kg

Na 1400 mg/kg

Ni 1,6 mg/kg

- 20 Pb 1,1 mg/kg

Si 76 mg/kg

Zn 5,9 mg/kg

Procedimiento de deshidratación 1 - únicamente eliminación de agua;

- 25 Se puso un filtro de papel sobre el cátodo, después la MFC y después un segundo filtro de papel. Después de esto el ánodo se extendió por encima. La presión (del peso del ánodo) era de 750 kPa. Después de un corto tiempo (2 min) se añadió más agua (presión a 2400 Pa). La tensión durante la deshidratación era de 100 V y el tiempo de 640 s.

El procedimiento se repitió 3 veces y la presión se aumentó (última vez  $4,6 \cdot 10^5$  Pa).

MFC deshidratada (MFC de electroósmosis) - los resultados se dan a continuación:

- 30 Contenidos de sal/metal basados en materia seca 30,5 %.

Al 8,5 mg/kg

Fe 11 mg/kg

Ca 30 mg/kg

Cu 0,69 mg/kg

- 35 K 85 mg/kg

Mg 5,7 mg/kg

Mn 0,24 mg/kg

Na 12 mg/kg

Ni 0,68 mg/kg

## ES 2 596 216 T3

Pb <0,4 mg/kg

Si 13 mg/kg

Zn 1,5 mg/kg

### Ejemplo 3

5 MFC de referencia (MFC inicial) - contenido seco (IR) 1,7 %

Contenidos de sal/metal basados en materia seca;

Al 9,5 mg/g

Fe 16 mg/g

Ca 1200 mg/kg

10 Cu 5,5 mg/kg

K 310 mg/kg

Mg 210 mg/kg

Mn 1,1 mg/kg

Na 1400 mg/kg

15 Ni 1,6 mg/kg

Pb 1,1 mg/kg

Si 76 mg/kg

Zn 5,9 mg/kg

Procedimiento de deshidratación 2 - eliminación de agua y lavado con acetona

20 La MFC se deshidrató 5 min (como en el procedimiento 1 anterior, es decir, en el Ejemplo 2). Después de esto la corriente se desconectó y se añadió acetona (aproximadamente la misma cantidad que el agua eliminada en la etapa previa). Después de esto, se inició la deshidratación y continuó aproximadamente 10 min.

MFC deshidratada (MFC de electroósmosis con acetona) - resultados dados a continuación:

Contenidos de sal/metal basados en materia seca 23,5 %

25 Al 4,6 mg/kg

Fe 10 mg/kg

Ca 10 mg/kg

Cu 0,68 mg/kg

K 40 mg/kg

30 Mg 7,1 mg/kg

Mn 0,13 mg/kg

Na 14 mg/kg

Ni 0,50 mg/kg

Pb <0,4 mg/kg

35 Si 13 mg/kg

Zn 1,5 mg/kg

Ejemplo 4 - ensayo de temperatura

Usando el mismo despliegue que en el caso anterior, se realizaron ensayos de temperatura.

Temperatura 90 - 95 °C - deshidratación en 60 s = aproximadamente 16 g de agua

Temperatura 21 °C - deshidratación en 60 s = aproximadamente 13,5 g de agua

- 5 Por consiguiente, era beneficioso usar una temperatura más alta para mejorar la deshidratación. De esta manera, la energía necesaria para la deshidratación es mucho menor a temperaturas elevadas.

Ejemplo 5

Se realizó una prueba adicional donde se eliminaron aún más iones (especialmente iones  $\text{Ca}^{2+}$ ).

Al comienzo, la cantidad total era de 20 g de MFC seca.

- 10 1) se eliminaron aproximadamente 11g de agua con electroósmosis

a. contenido de metal del agua

i. Ca 14 mg/l

ii. K 2,7 mg/l

iii. Na 26 mg/l

- 15 iv. Si 1,3 mg/l

2) se añadieron aproximadamente 10 g de agua destilada

3) se eliminaron aproximadamente 10 g de agua

a. contenido de metal del agua

i. Ca 8 mg/l

- 20 ii. K 0,56 mg/l

iii. Na 0,78 mg/l

iv. Si 0,22 mg/l

4) se añadieron aproximadamente 10 g de agua destilada

5) se eliminaron aproximadamente 9 g de agua

- 25 a. contenido de metal del agua

i. Ca 7,4 mg/l

ii. K 0,56 mg/l

iii. Na 0 mg/l (por debajo del límite de detección)

iv. Si 0,076 mg/l

- 30 6) agua destilada (como referencia)

a. contenido de metal del agua

i. Ca 0,079 mg/l

ii. K 0 (por debajo del límite de detección)

iii. Na 0 (por debajo del límite de detección)

- 35 iv. Si 0 (por debajo del límite de detección)

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso de purificación, tal como empobrecimiento de sal/ion y/o empobrecimiento de azúcar libre, preferiblemente usando deshidratación, de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, en donde el proceso comprende las siguientes etapas:
- 5       - proporcionar una suspensión que comprende celulosa y líquido,  
- someter la suspensión a un campo eléctrico, que induce a fluir al líquido de la suspensión,  
- separar el líquido de la celulosa, obteniendo así una suspensión empobrecida en líquido,  
- añadir un líquido de lavado, tal como un disolvente orgánico, a la suspensión empobrecida en líquido,
- 10       - someter la suspensión empobrecida en líquido a un campo eléctrico, que induce a fluir al líquido de lavado de la suspensión y  
- separar el líquido de lavado de la celulosa, obteniendo así una celulosa purificada.
2. El proceso según la reivindicación 1, caracterizado por que la deshidratación se realiza por electroósmosis.
3. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que se usa un campo eléctrico con una tensión de 10-100 V.
- 15       4. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que también se aplica presión para deshidratar la suspensión.
5. El proceso según la reivindicación 4, caracterizado por que la presión se aplica después de que se haya aplicado el campo eléctrico y haya comenzado la deshidratación.
- 20       6. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 4-5, caracterizado por que la presión es una presión mecánica.
7. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido seco de la suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, antes de la deshidratación y/o un empobrecimiento de sal/ion y/o empobrecimiento de azúcar libre, es de aproximadamente 1-50 % en peso.
- 25       8. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido seco de la suspensión deshidratada que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, es de aproximadamente 5-50 % en peso.
9. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la temperatura de la suspensión durante la deshidratación está por encima de 30 °C y por debajo de 100 °C.
- 30       10. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la suspensión comprende nanopartículas, absorbentes, sal, azúcares libres y/o tensioactivos que se estimulan mediante el campo eléctrico.
11. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el líquido de lavado es agua y/o un disolvente orgánico.
- 35       12. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, seguido de un cambio en el contraión y/o una o más etapas de lavado adicionales.
13. Celulosa, tal como celulosa microfibrilada, deshidratada según el proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11.
14. Celulosa, tal como celulosa microfibrilada, obtenible por el proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11.
- 40       15. Uso de una celulosa, tal como celulosa microfibrilada, según las reivindicaciones 13 o 14 en un aditivo de reforzamiento, un espesante, un modificador de la viscosidad, un modificador de la reología, un polvo de limpieza, un polvo de lavado, un detergente, una composición de espuma, una barrera, una película, un producto alimenticio, una composición farmacéutica, un producto cosmético, un producto de papel o cartón, un revestimiento, un producto higiénico/absorbente, un agente de emulsión/dispersión, un lodo de perforación, un material compuesto, en
- 45       purificación de agua, en un filtro, en una célula solar, en una batería, en un circuito electrónico o para potenciar la reactividad de la celulosa en la fabricación de la celulosa regenerada o derivados de celulosa.

Figura 1

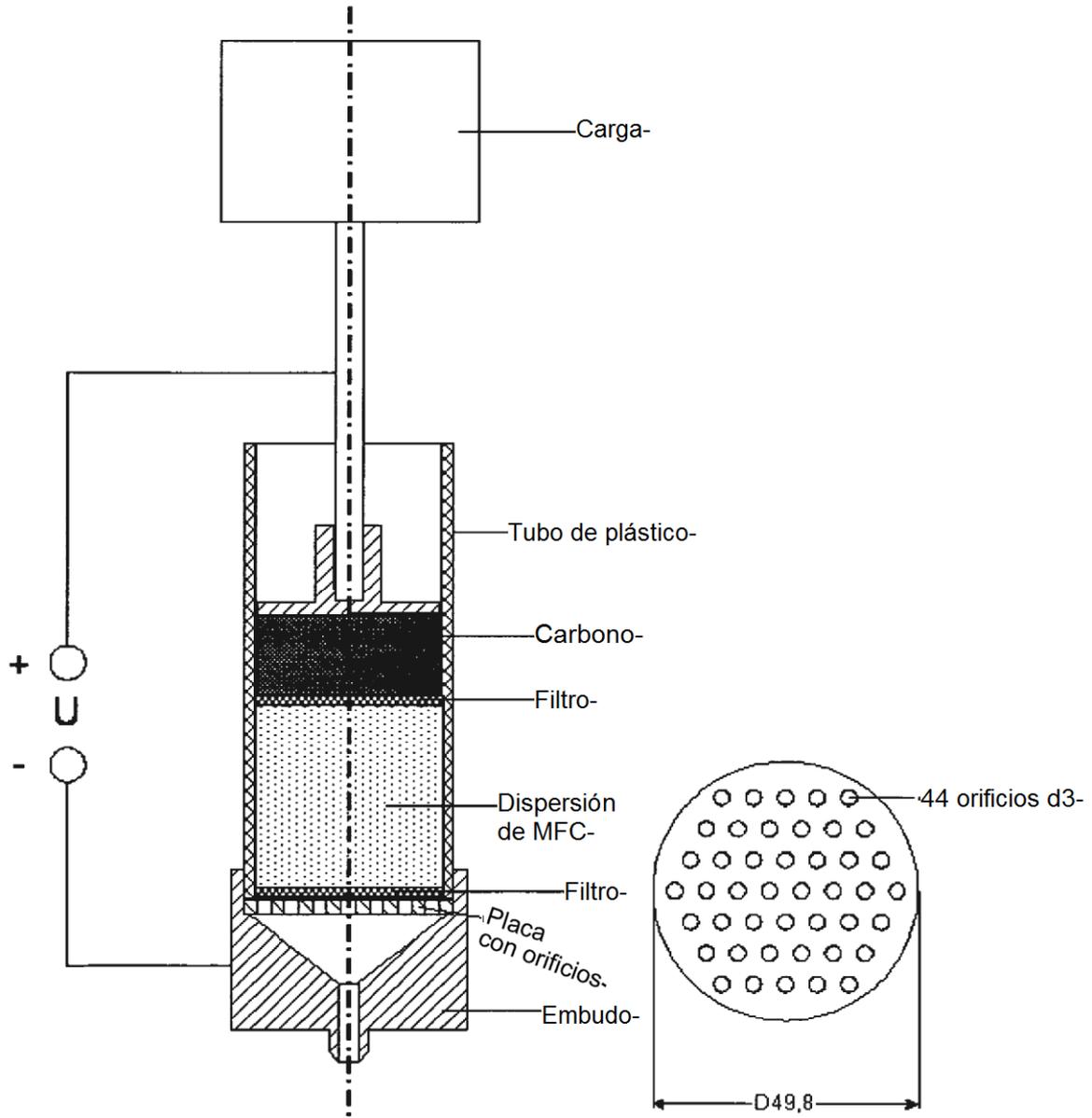


Figura 2

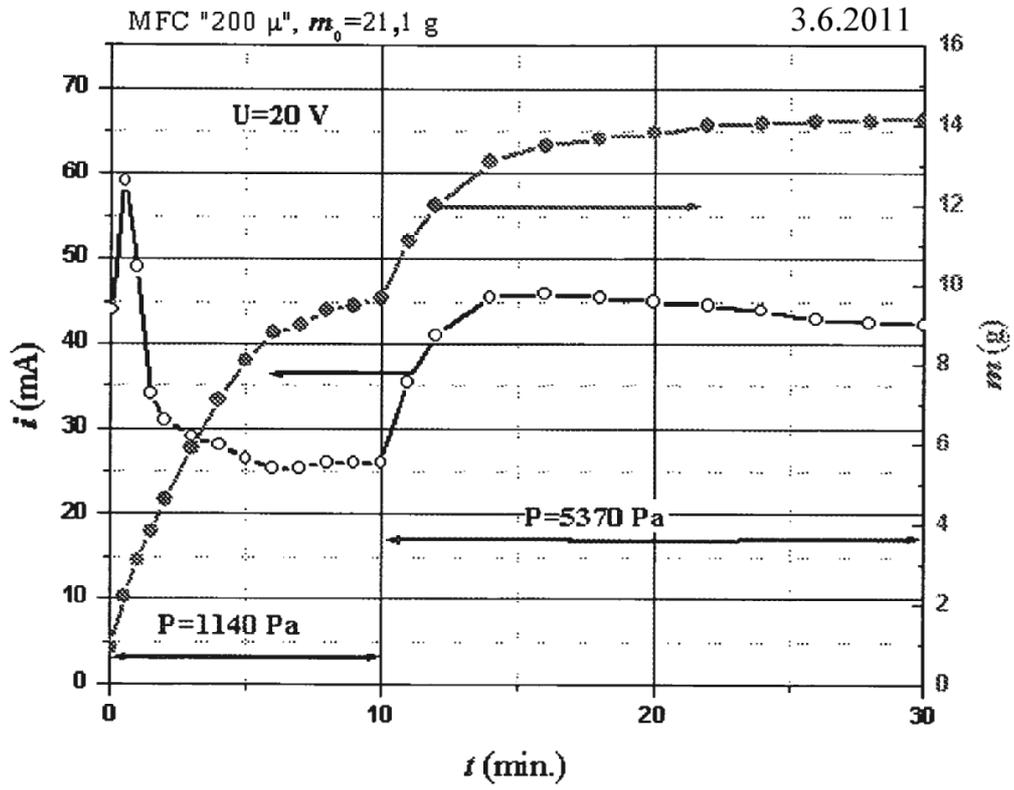


Figura 3

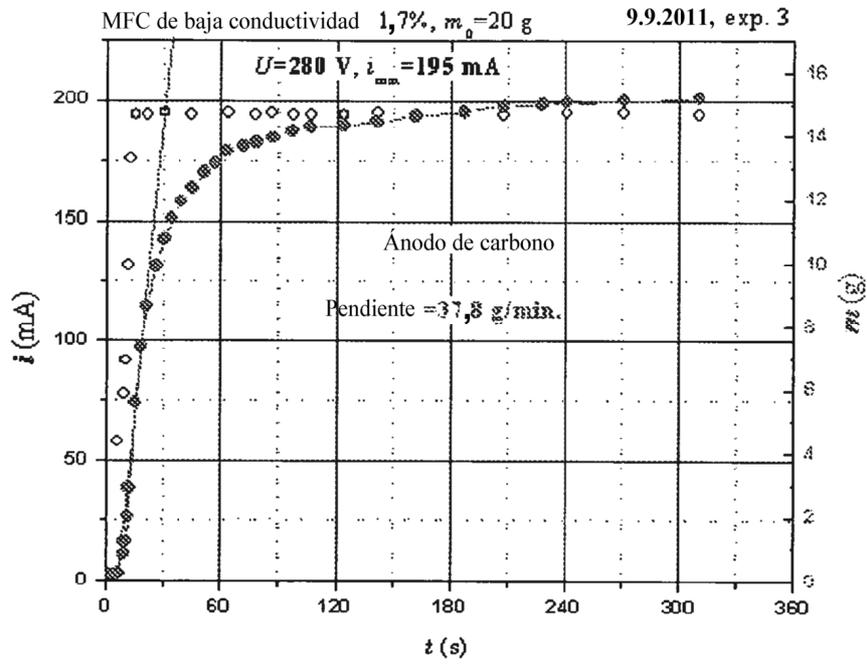


Figura 4

